
NORMA CUBANA

NC

ASTM D 1319: 2013
(Publicada por la ASTM en 2010)

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO—MÉTODO DE ENSAYO
ESTÁNDAR PARA TIPOS DE HIDROCARBUROS EN
PRODUCTOS LÍQUIDOS DEL PETRÓLEO POR ADSORCIÓN
DE INDICADOR FLUORESCENTE
(ASTM D 1319:2010, IDT)**

Oil industry—Standard test method for hydrocarbon types in liquid petroleum products by fluorescent indicator absorption

ICS: 75.160

1. Edición Julio 2013
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 1319: 2013

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 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 la Aeronáutica Civil	Ministerio de la Construcción
Ministerio de Energía y Minas	

- Sustituye la NC-ASTM D 1319-2010 *Industria del Petróleo- Método de ensayo estándar para tipos de hidrocarburos en productos líquidos del petróleo por adsorción de indicador fluorescente.*
- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 1319-10 *Standard Test Method for Hydrocarbon Types in Liquid Petroleum Products by Fluorescent Indicator Adsorption.*

© NC, 2013

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, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA TIPOS DEHIDROCARBUROS EN PRODUCTOS LIQUIDOS DEL PETRÓLEO POR ADSORCIÓN DE INDICADOR FLUORESCENTE

1 Alcance

1.1 Este método de ensayo cubre la determinación de tipos de hidrocarburo sobre los rangos de concentración de 5 a 99 % en volumen de aromáticos, 0,3 a 55 % en volumen de olefinas y 1 a 95 % en volumen de saturados en fracciones petroleras que destilan por debajo de 315° C. Este método de ensayo puede aplicarse a las concentraciones fuera de estos rangos, pero la precisión no ha sido determinada. Las muestras que contienen componentes de colores oscuros que interfieren en las lecturas de las bandas cromatográficas no pueden ser analizadas.

Nota 1- Para la determinación de olefinas debajo de 0,3 % volumen, están disponible otros métodos de ensayos, tales como el método de ensayo D 2710.

1.2 Este método de ensayo es propuesto para el uso en productos con rangos de ebullición elevados. Los datos del estudio interlaboratorio han establecido que la declaración de precisión no se aplica a fracciones de petróleo con rangos de ebullición estrechos, próximos al límite de 315 ° C. Tales muestras no eluyen correctamente y los resultados son erráticos.

1.3 La aplicabilidad de este método de ensayo para productos derivados de combustibles fósiles diferentes del petróleo, como carbón, arcilla esquistosa, o arena bituminosa, no ha sido determinada, y la precisión establecida puede o no aplicarse a tales productos.

1.4 Este método de ensayo tiene dos declaraciones de precisión descritas en tablas. La primera tabla es aplicable a combustibles sin plomo que no contienen mezclas de componentes oxigenados. Puede o no aplicarse a las gasolinas automotor que contienen mezclas de plomo antidetonante. La segunda tabla es aplicable a muestras de combustibles de motor de ignición por chispas mezclados con oxigenados (por ejemplo MTBE, etanol) con un rango de concentración de 13 a 40 por ciento en volumen de aromáticos, 4 a 33 por ciento en volumen de olefinas, y de 45 a 68 por ciento en volumen de saturados.

1.5 Los componentes de mezclas oxigenadas, metanol, etanol, metil-ter-butileter (MTBE), ter - amilmetileter (TAME), y etil-ter-butileter (ETBE), no interfieren con la determinación de tipos de hidrocarburo en las concentraciones normalmente encontradas en mezclas comerciales. Estos componentes oxigenados no son detectados debido a que eluyen con el alcohol desorbente. Otros compuestos oxigenados serán individualmente verificados. Cuando son analizadas las muestras que contienen mezclas de componentes oxigenados, corrija los resultados en base a la muestra total.

1.6 Advertencia – El mercurio se ha designado por muchas agencias reguladoras como un material perjudicial que puede causar daño al sistema nervioso, al riñón y al hígado. El mercurio y sus vapores pueden ser dañino a la salud y corrosivo a los materiales. Deben tomarse precauciones cuando se manipule mercurio y productos que lo contengan. Vea la Hoja de Seguridad del Producto para detalles y para información adicional el sitio web EPAs –<http://www.epa.gov/mercury/faq.htm>. Los usuarios deben estar conscientes que la venta de mercurio o productos que contengan mercurio en su estado o país puede estar prohibido por la ley.

1.7 Los valores establecidos en unidades del SI serán considerados como norma. Ninguna otra unidad de medida está incluida en esta norma.

1.8 Esta norma no abarca todas las medidas de seguridad asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas de salud y seguridad apropiadas y determinar la aplicabilidad de las regulaciones antes del uso. Para las declaraciones de riesgos específicos, vea sección 7, 8.1 y 10.5.

2 Documentos de Referencia

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, solo 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 D 86 Método de ensayo estándar para destilación en productos del petróleo a presión atmosférica.

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

2.2 Normas ASTM

D 1655 Especificación para combustibles de turbina de aviación.

D 2710 Método de ensayo para Índice de Bromo en hidrocarburos de petróleo por Valoración Electrométrica.

D 3663 Método de ensayo para área de la Superficie de Catalizadores y soportes catalíticos.

D 4815 Método de ensayo para la determinación de MTBE, ETBE, TAME, DIPE, alcohol amílico terciario y alcoholes en gasolina desde C1 a C4 por cromatografía gaseosa.

D 5599 Método de ensayo para la Determinación de Oxigenados en Gasolina por cromatografía gaseosa y detección selectiva de oxígeno por ionización de llama.

E 11 Especificación para alambres tejidos y tamices para propósitos de ensayo.

2.3 Otras Normas

GC/OFID EPA Método de ensayo. Oxígeno y análisis del contenido de oxígeno.

BS410-1 2000 Tamices de ensayo. Requerimientos técnicos y ensayos. Tamices de ensayo de alambre de metal tejido.

3 Terminología

3.1 Definiciones de términos específicos de esta norma:

3.1.1 Aromáticos - % en volumen de aromáticos monocíclicos y policíclicos, mas olefinas aromáticas, algunos dienos, compuestos que contienen azufre y nitrógeno, o compuestos oxigenados de alto punto de ebullición (excepto aquellos listados en 1.5).

3.1.2 Olefinas - % en volumen de alquenos, más cicloalquenos, y algunos dienos.

3.1.3 Saturado -% en volumen de alcanos más cicloalcanos.

4 Resumen del método de ensayo

4.1 Aproximadamente 0,75 mL de muestra es introducida en una columna de adsorción de vidrio especial empacada con sílica gel activada. Una capa pequeña de sílica gel contiene una mezcla de tintes fluorescentes. Cuando toda la muestra ha sido adsorbida en el gel, el alcohol es añadido para desorber la muestra en forma descendente a través de la columna. Los hidrocarburos son separados de acuerdo con sus afinidades de adsorción en aromáticos, olefinas, y saturados. Los colorantes fluorescentes son también separados selectivamente, con los tipos de hidrocarburos, y crean los límites de las zonas de aromáticos, olefinas, y saturados visibles bajo luz ultravioleta. El por ciento en volumen de cada tipo de hidrocarburo se calcula a partir de la longitud de cada zona en la columna.

5 Significado y Uso

5.1 La determinación del % en volumen total de saturados, olefinas y aromáticos en fracciones del petróleo es importante en la caracterización de la calidad de fracciones de petróleo como componente de mezclas de gasolinas y como materia prima en los procesos de reformación catalítica. Esta información es importante en la caracterización de fracciones de petróleo y productos a partir de la reformación catalítica y a partir del craqueo térmico y catalítico como componente de mezclas para combustible motor y de aviación. La misma es importante como una medida de la calidad del combustible, como se declara en la Especificación D 1655.

6 Aparatos

6.1 Columna de adsorción, con tubería de orificio de precisión (designados por IP como “true bore”), como se muestra en la parte derecha de la Figura 1, fabricado de vidrio y constituido por una sección de carga con un cuello capilar, una sección de separación y una sección analizadora; o con tubería de pared estándar, como se muestra en la parte izquierda de la figura 1. Refiérase a la tabla 1 para los límites de tolerancia de la columna.

6.1.1 El diámetro interior para la tubería de orificio de precisión en la sección analizadora debe ser de 1,60 a 1,65 mm. Además la longitud de un hilo de mercurio de aproximadamente 100 mm no variará más de 0,3 mm en cualquier parte de la sección analizadora. En las diversas secciones el sellado de vidrio de cada una y las conexiones a lo largo serán hechos en vez de conectar los hombros. Sostenga la sílica gel con una pequeña pieza de lana de vidrio localizada entre la bola y el conector de la junta esférica 12/2 y cubriendo la salida del analizador. La punta de la columna adjunta al conector de 12/2 tendrá un diámetro interior de 2 mm. Sujete conjuntamente la bola y el conector y asegúrese que la punta no tienda a deslizarse de la posición en línea directa con la sección analizadora durante el empacado y uso subsiguiente de la columna. Los conectores comerciales de tipo de compresión pueden ser usados para acoplar el fondo de la sección del separador (los cuales han sido cortados cuadrados), a la sección analizadora de 3 mm proporcionando que la geometría interna sea esencialmente similar al procedimiento anteriormente

6.1.2 Por conveniencia, las columnas de adsorción de tubos con paredes estándar, como se muestra a la izquierda en Figura 1, puede ser usadas. Cuando se usan tubos con paredes estándar en la sección analizadora, es necesario seleccionar tubería de aberturas uniformes y proveer una conexión hermética entre el separador y las secciones analizadoras. Las calibraciones de tuberías de pared estándar podrían no ser prácticas; sin embargo, cualquier variación de 0,5 mm o mayores, medidas con un pie de rey común, en el diámetro exterior a lo largo del tubo puede tomarse como una indicación de irregularidades en el diámetro interior y tal tubo no debería ser usado. Prepare la cristalería para retener el gel. Una forma para lograr esto es cerrar un extremo de la tubería seleccionada para la sección analizadora a un capilar fino. Conecte el otro extremo de la sección analizadora a la sección de separación con tubo de vinilo, asegurándose de que las dos secciones de tubos se toquen. Es adecuada una tubería de vinilo de 30 ± 5 mm de longitud. Para asegurar un sellado hermético de la junta vidrio vinilo con la sección analizadora, es necesario calentar el extremo superior de la sección analizadora hasta que se logre derretir el vinilo, luego introduzca el extremo superior de la sección analizadora en la manga del vinilo. Alternativamente, este sello puede hacerse asegurando la manga del vinilo a la sección analizadora enrollando fuertemente con alambre suave. Los conectores comerciales del tipo de compresión pueden ser usados para acoplar en el fondo de la sección de separación (los cuales han sido cortados cuadrados) a la sección analizadora de 3 mm, debido a que la geometría interna es esencialmente similar al procedimiento antes mencionado y proporcione una transición física suave a partir del diámetro interior de las dos secciones de la columna de vidrio. Similarmente los conectores comerciales del tipo de compresión pueden emplearse en el extremo de la sección analizadora de 3 mm que tiene un soporte poroso integral para retener la sílica gel.

6.2 Dispositivo para medir las zonas - Las zonas pueden ser marcadas con un lápiz cristalográfico y las distancias medidas con una regla métrica, con la sección analizadora colocada horizontalmente. Alternativamente, la regla métrica puede ser fijada adyacente a la columna, en este caso, es conveniente tener cada regla ajustada con cuatro presillas de metal móviles (Figura 1) para marcar los límites de zona y medir la longitud de cada zona.

6.3 Fuente de luz ultravioleta, se requiere de una radiación predominantemente a 365 nm. Un arreglo conveniente consiste en una o dos unidades de 915 a 1220 mm montadas verticalmente a lo largo del aparato. Ajuste para dar la mejor fluorescencia

6.4 Vibrador eléctrico, para hacer vibrar columnas individuales o la armadura que soporta a columnas múltiples.

6.5 Jeringuilla Hipodérmica, de 1 mL, graduada en 0,01 ó 0,02 mL, con una aguja de 102 mm de largo. Son adecuadas agujas N° 18, 20 o 22.

6.6 Regulador, capaz de ajustar, mantener y entregar una presión dentro de un rango de 0 a 103 Kpa.

7 Reactivos y Materiales

7.1 Sílica Gel fabricada conforme a las especificaciones mostradas en tabla 2. Determine el pH de la sílice como sigue: Calibre un metro de pH con soluciones buffer estándar pH 4 y pH 7. Coloque 5 g de la muestra de gel en un beaker de 250-mL. Agregue 100 mL de agua y una barra agitadora. Agite la mezcla con un agitador magnético por 20 min y luego determine el pH con el metro calibrado. Antes del uso, seque el gel en una vasija poco profunda a 175 ° C por 3 h. Transfiera el gel secado a una desecadora, y protéjalo de la humedad atmosférica.

Nota 2- Algunos lotes de sílica gel a pesar de cumplir con las especificaciones producen bandas de olefinas decoloradas. La razón exacta para este fenómeno es desconocida pero afectará la exactitud y la precisión.

Tabla 1—Límites de tolerancia para las dimensiones de la columna

Dimensiones de columna estándar	
Sección de Carga.	
Diámetro interior= 12 ± 2 mm. Nivel de gel compacto= 75 mm aproximadamente. Largo Total= 150 ± 5 mm	
Sección del Cuello.	
Diámetro interior= 2 ± 0.5 mm Largo Total= 50 ± 5 mm	
Sección de Separación.	
Diámetro interior= 5 ± 0.5 mm. Largo Total= 190 ± 5 mm	
Largo de Sección fina bajo el Separador.	
Diámetro Exterior de la punta = 3.5 ± 0.5 mm Diámetro Interior de la punta = 2 ± 0.5 mm Largo Total= 25 ± 5 mm	
Sección analizadora.	
Diámetro Interior = 1.5 ± 0.5 mm Diámetro estándar del Tubo Largo Total= 1200 ± 30 mm	
Dimensiones de la columna de precisión	
Sección de Carga.	
Diámetro interior= 12 ± 2 mm. Nivel de gel compacto= 75 mm aproximadamente. Largo Total= 150 ± 5 mm	
Sección del Cuello.	
Diámetro interior= 2 ± 0.5 mm Largo Total= 50 ± 5 mm	
Sección de Separación.	
Diámetro interior= 5 ± 0.5 mm. Largo Total= 190 ± 5 mm	
Sección analizadora.	
Diámetro Interior = 1.60-1.65 mm Largo Total= 1200 ± 30 mm Punta Largo Total= 30 ± 5 mm	

Tabla 2 — Especificaciones de la Silica gel

Área Superficial ^A , m ² /g	430 a 530	
pH de la mezcla agua silica gel al 5%	5.5 a 7.0	
Pérdida por Ignición a 955 ° C,% m	4.5 a 10.0	
Contenido de Hierro como Fe ₂ O ₃ , base seca, m-ppm	50 máx.	
Tamaño de Partícula		
Numero de Filtro ^B	µm	% masa
de 60	250	0.0 max
de 80	180	1.2 max
de 100	150	5.0 max
De 200	75	15.0max
^A el área superficial de la silica gel se determina por el método de ensayo D 3663		
^B requisitos detallados para estos filtros son dados en Especificación E 11 y BS410-12000		

7.2 Gel colorante del Indicador Fluorescente - Un gel colorante estándar consiste en una mezcla de Petrol Red AB4 recristalizado y porciones purificadas de colorantes de olefinas y aromáticos obtenidos por adsorción cromatográfica, siguiendo un procedimiento definido uniforme y depositado en la sílica gel. El colorante será almacenado en un lugar oscuro bajo una atmósfera de nitrógeno. Cuando se almacena en estas condiciones, el colorante puede tener una durabilidad de al menos cinco años. Se recomienda que porciones del gel colorante sean transferidas según se requiera a un recipiente de trabajo más pequeño a partir del cual se toma el colorante para el análisis de rutina.

7.3 Alcohol Isoamílico, (3 metil 1 butanol) 99 % (Advertencia, Inflamable. Dañino para la salud).

7.4 Alcohol Isopropílico, (2-propanol), 99% de pureza mínima. (Advertencia, Inflamable. Dañino para la salud).

7.5 Gas Comprimido, Aire (o nitrógeno) suministrado por la parte superior de la columna con un controlador de presión calibrado sobre el rango entre 0 y 103 Kpa. (Advertencia - gas comprimido a alta presión.)

7.6 Acetona, grado reactivo, libre de residuo (Advertencia, Inflamable. Dañino para la salud).

7.7 Solución Buffer, pH 4 y 7.

8 Muestreo

8.1 Obtenga una muestra representativa conforme con los procedimientos de la Práctica NC ASTM D 4057. Para las muestras que cumplieran las condiciones de volatilidad del Grupo 2 o menores del Método de Ensayo NC ASTM D 86, asegurarse que la muestra se mantenga a una temperatura de ≤ 4 ° C cuando se abra o se transfiera la muestra. (Advertencia, Inflamable. Dañino para la salud).

9 Preparación del Aparato

9.1 Monte el aparato ensamblándolo en un área o cuarto oscuro para facilitar observación de los límites de las zonas. Para determinaciones múltiples, ensamble un aparato que incluya la fuente de luz ultravioleta, un soporte para sujetar las columnas, y un sistema múltiple de válvulas de gas con juntas esféricas para conectar al número deseado de columnas.

10 Procedimiento

10.1 Asegúrese que la sílice gel este bien empacada en la columna y en la sección de carga (hasta el nivel apropiado), lo cual incluye la cantidad apropiada de gel colorante (3 a 5 mm) adicionado aproximadamente a la mitad de la sección de separación, antes de iniciar el análisis de la muestra. Vea la nota 3 para la guía específica.

Nota 3 _ Una forma de preparar la columna para el análisis es suspenderla libremente de una grampa colocada debajo de la junta esférica de la sección de carga. Mientras vibra la columna a lo largo en toda su longitud, adicione pequeñas cantidades de sílice a través de un embudo de vidrio en la sección de carga hasta que la sección de separación esté medio llena. Detenga el vibrador y adicione de 3 a 5 mm de gel colorante. Eche a andar el vibrador y vibre la columna mientras añade la sílice adicional. Continúe adicionando la sílice gel hasta que el gel se empaque apretadamente y se extienda aproximadamente 75 mm en la sección de carga. Vibre la columna después de que el relleno sea completado por al menos 4 min. Más de una columna puede prepararse simultáneamente por montaje de varias en un armazón o un colgador en el cual se adjunte un vibrador eléctrico.

10.2 Fije la columna llena al montaje del aparato en un área o cuarto oscuro y cuando se use una regla permanentemente montada, fije el extremo más bajo de la columna a la regla fijada con una liga.

10.3 Para muestras que cumplan las condiciones de volatilidad del Grupo 2 o menores del Método de Ensayo NC ASTM D 86, enfríe la muestra y una jeringuilla hipodérmica a menos de 4 °C. Tome (0,75 ± 0,03) mL de muestra en la jeringuilla e inyecte la muestra aproximadamente 30 mm debajo de la superficie del gel en la sección de carga.

10.4 Llene la sección de carga hasta la junta esférica con alcohol isopropílico. Conecte la columna al colector de gas y aplique (14 ± 2) kPa de presión de gas por (2,5 ± 0,5) min para mover el frente líquido hacia debajo de la columna. Aumente la presión manométrica a (34 ± 2) kPa por otros (2,5 ± 0,5) min y luego ajuste la presión requerida para dar un tiempo de tránsito de aproximadamente 1 h. Usualmente una presión del gas de (28 a 69) kPa es necesaria para muestras de gasolina y de (69 a 103) kPa para turbocombustible. La presión requerida dependerá de la compactación de la sílice gel y del peso molecular de la muestra. Un tiempo de tránsito de 1 h es óptimo, sin embargo, las muestras de alto peso molecular pueden requerir un tiempo de tránsito mayor.

10.5 Después que el anillo rojo, límite del alcohol - aromático haya avanzado aproximadamente 350 mm en la sección analizadora, haga una serie de lecturas rápidamente marcando el límite de cada zona de hidrocarburo observado en luz ultravioleta en la siguiente secuencia. (**Advertencia** - La exposición directa de la luz ultravioleta puede hacer daño, los operadores deberían evitar esto tanto como sea posible, particularmente con relación a los ojos). Para la zona saturada no fluorescente, marque el frente de la carga y el punto donde la fluorescencia amarilla alcanza su intensidad máxima. Para el extremo superior de la segunda, u zona de olefinas, marque el punto donde ocurre la primera fluorescencia azul intenso; finalmente, para el extremo superior de la tercera, o zona aromática, marque el extremo superior de la primera zona rojiza o marrón. Refiérase a la Figura 2 como una ayuda para identificar los límites. Con destilados decolorados, el límite de alcohol aromático está claramente definido por un anillo rojo de colorante. Sin embargo,

las impurezas en combustibles craqueados a menudo obscurecen este anillo rojo y dan una coloración marrón, que varía de longitud pero que será contado como una parte de la zona aromática, excepto cuando no esté presente ninguna fluorescencia azul, el anillo marrón o rojizo debe considerarse como parte de la siguiente zona distinguible debajo de esta en la columna. Con algunas muestras de combustibles mezclados con oxigenados, otra banda roja puede dar la apariencia de estar varios centímetros por encima del límite rojizo o marrón límite de alcohol aromático (vea Figura 3) y será ignorada. Evite tocar la columna con las manos al marcar las zonas. Si los límites han sido marcados con las presillas indicadoras, registre las medidas.

Nota 4- La primera fluorescencia amarilla intensa máxima está definida por el centro de la banda de fluorescencia amarilla menos intensa.

10.6 Cuando la muestra ha avanzado al menos otros 50 mm hacia abajo de la columna, haga un segundo conjunto de lecturas marcando las zonas en orden inverso como se describe en 10.5 a fin de minimizar errores debido a los avances de las posiciones de los límites durante las lecturas. Si la marca se ha hecho con un lápiz cristalográfico, pueden usarse dos colores para medir las distancias medidas al final del ensayo en la sección analizadora mantenida horizontalmente sobre la parte superior del banco. Si los límites han sido marcados con las presillas indicadoras, registre las mediciones.

0.7 Resultados erróneos pueden ser causados por la inadecuada compactación de la sílica gel o la elusión incompleta de hidrocarburos por el alcohol. Con columnas de precisión, la elusión incompleta puede detectarse por la longitud total de las diferentes zonas, lo cual debe ser por lo menos 500 mm para un análisis satisfactorio. Con tubos de pared estándar, este criterio de longitud de muestra total no es estrictamente aplicable porque el diámetro interior de la sección analizadora no es el mismo en todas las columnas.

Nota 5- Para muestras que contienen cantidades sustanciales de material con rango de ebullición por encima de 204 ° C, el uso de alcohol isoamílico en lugar de alcohol del isopropílico puede mejorar elusión.

10.8 Libere la presión del gas y desconecte la columna. Para sacar el gel usado en la columna de precisión, inviértala sobre un fregadero e inserte a través del extremo ancho una aguja hipodérmica larga de calibre No 19 con una punta en un ángulo de 45°. Por el otro extremo, conecte una tubería de cobre de diámetro exterior 6 mm con una manguera fija en el final opuesto, conéctela a la llave de agua y enjuague con una corriente rápida de agua. Enjuague con acetona libre de residuo y seque por evacuación.

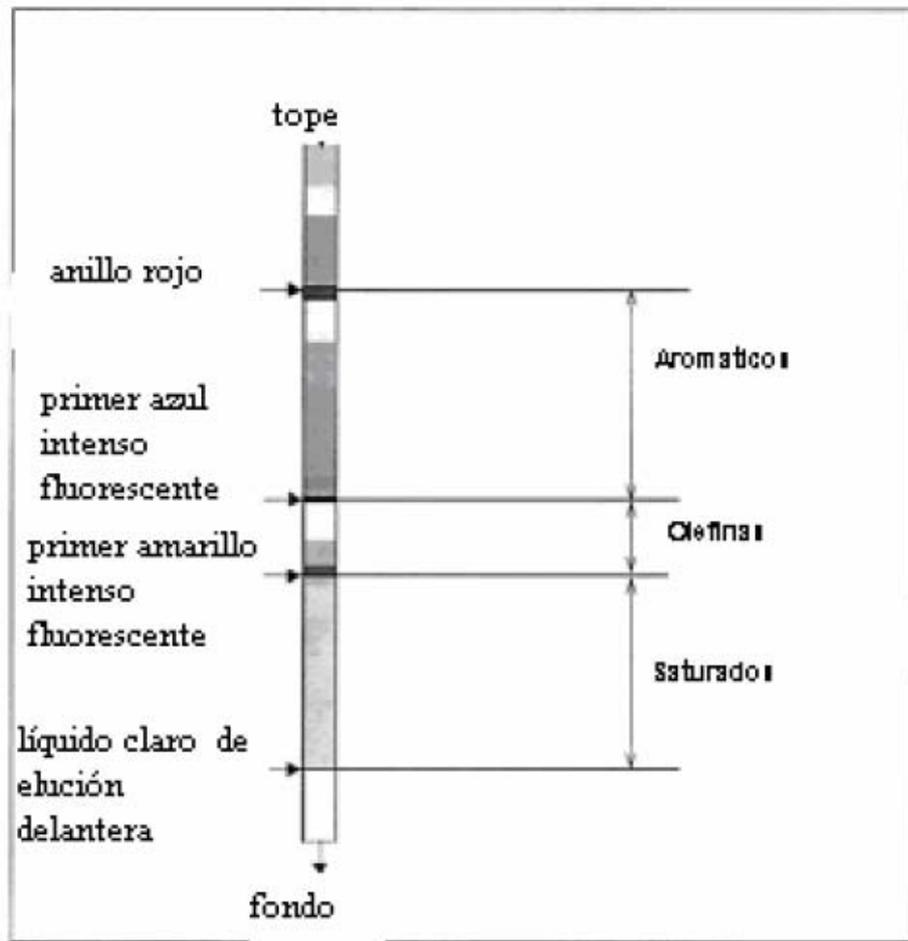


Figura 2—Ilustración de ayuda para la identificación de los límites cromatográficos

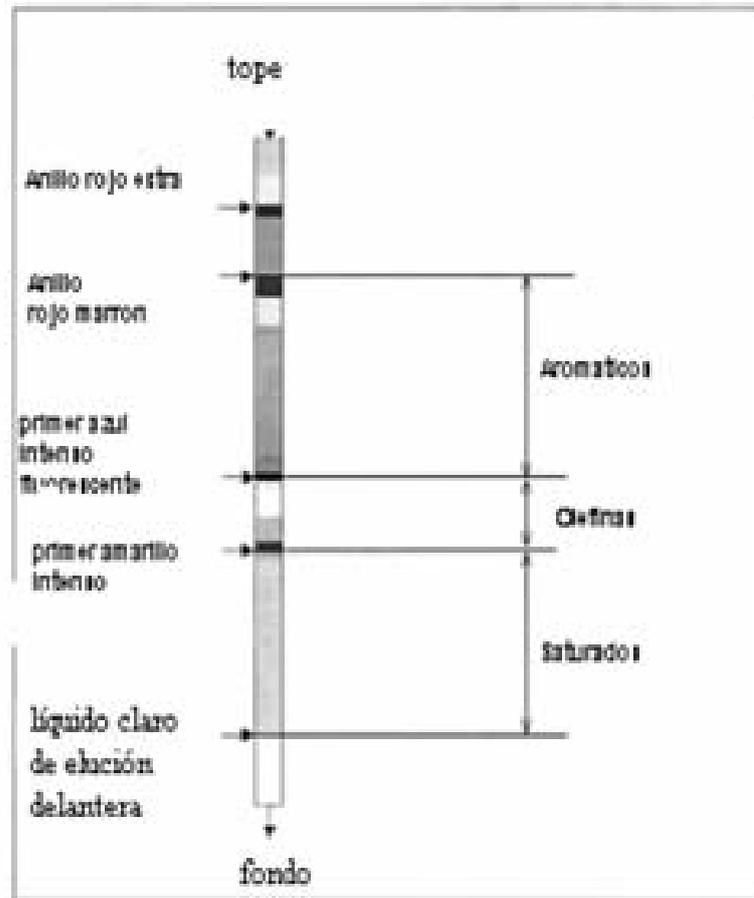


Figura 3—Ilustración de ayuda para identificación de bandas cromatográficas de muestras de combustibles mezclados con oxigenados

11 Cálculo

11.1 Para cada grupo de observaciones calcule los tipos de hidrocarburo con una aproximación de 0,1 % en volumen como sigue:

$$\text{Aromáticos, \% volumen} = (L_a/L) \times 100 \quad (1)$$

$$\text{Olefinas, \% volumen} = (L_o/L) \times 100 \quad (2)$$

$$\text{Saturados, \% volumen} = (L_s/L) \times 100 \quad (3)$$

Donde:

L_a = Longitud de zona aromática, mm

L_o = Longitud de zona Olefinas, mm

L_s = Longitud de Zona Saturada, mm

L = Suma de $L_a+L_o+L_s$

Promedie los valores calculados respectivos para cada tipo y reporte según 12.1. Si es necesario, ajuste el resultado para el componente mayor de manera que la suma de los componentes sea igual a 100 %.

11.2 Las ecuaciones 1, 2, y 3 calculan concentraciones en bases libres de oxígeno y son correctas sólo para muestras que estén compuestas exclusivamente de hidrocarburos. Para las muestras que contienen componentes de mezclas oxigenados (Vea 1.5), los resultados anteriores pueden corregirse a una base de muestra total como sigue:

$$C' = C \times (100 - B) / 100 \quad (4)$$

Donde:

C' = Concentración de un tipo de hidrocarburo (% volumen) en una base de muestra total.

C = Concentración de un tipo de hidrocarburo (% volumen) en una base libre de oxígeno.

B = Concentración total de los componentes de mezclas oxigenados (% volumen) en muestra como se determina en los métodos de ensayos D 4815 o D 5599 o equivalente.

Promedie los valores calculados respectivos para cada tipo de (C') y reporte como se indica 12.2. Si es necesario ajuste el resultado para componentes mayores C' de modo que la suma de tres componentes C' mas B es 100 %

12 Reporte

12.1 Para muestras que están compuestas exclusivamente por hidrocarburos (es decir muestras libres de oxigenados) reporte el valor promedio de cada tipo de hidrocarburo con una aproximación de 0,1 % volumen calculado en las ecuaciones 1-3.

12.2 Para muestras que contienen componentes de mezclas oxigenadas, reporte el valor promedio para cada tipo de hidrocarburo corregido en una base de muestra total (C') con una aproximación de 0,1 % volumen determinado en la ecuación 4. Debido a que el total de oxigenados % volumen en la muestra ni se mide ni se calcula por el método de ensayo D 1319, sino es determinado por el método de ensayo D 4815 y D5599 o un equivalente (vea la variable B en la ecuación 4) no es necesario reportar la concentración total de oxigenados % volumen por el método de ensayo D 1319.

13 Precisión y Sesgo

13.1 Los siguientes criterios son usados para evaluar la aceptabilidad de resultados (probabilidad de 95 %):

13.1.1 Repetibilidad- La diferencia entre resultados de ensayos sucesivos obtenidos por el mismo operador con el mismo aparato bajo condiciones de operación constante sobre idéntico material de ensayo, podría a lo sumo, en operación correcta y normal del método de ensayo exceder los valores en las tablas 3 y 4 solamente en un caso de veinte.

13.1.2 Reproducibilidad - La diferencia entre dos resultados simples independientes obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios sobre idéntico material de ensayo, podría a lo sumo, en operación correcta y normal del método de ensayo exceder los valores en las tablas 3 y 4 solamente en un caso de veinte.

13.1.3 La Tabla 3 se usara para evaluar reproducibilidad y repetibilidad de muestras de combustible sin plomo que no contienen mezclas de componentes oxigenadas. Es aplicable sobre los rangos especificados de concentración. La Tabla 4 servirá para evaluar la repetibilidad y reproducibilidad de muestras que contiene oxigenados sobre los rangos especificados de concentración.

13.2 Sesgo - El sesgo no ha sido determinado porque no hay materiales de referencia aceptables adecuados para determinar el sesgo para el procedimiento en este método de ensayo.

NOTA 6 -La precisión especificada en tabla 4 fue determinada con combustibles motor de ignición por chispa que contienen de componentes de mezclas oxigenados así como componentes no oxigenados. Los métodos de ensayo D 4815 y GC/OFID fueron usados para determinar oxigenados en el estudio interlaboratorio para establecer la precisión de la tabla 4. EPA ha reemplazado el procedimiento GC/OFID por el método de ensayo D 5599.

Tabla 3—Repetibilidad y Reproducibilidad de muestras libres de oxigenados

	Volumen %		
	Nivel	Repetibilidad	Reproducibilidad
Aromáticos	5	0.7	1.5
	15	1.2	2.5
	25	1.4	3.0
	35	1.5	3.3
	45	1.6	3.5
	50	1.6	3.5
	55	1.6	3.5
	65	1.5	3.3
	75	1.4	3.0
	85	1.2	2.5
	95	0.7	1.5
Olefinas	99	0.3	0.7
	1	0.4	1.7
	3	0.7	2.9
	5	0.9	3.7
	10	1.2	5.1
	15	1.5	6.1
	20	1.6	6.8
	25	1.8	7.4
	30	1.9	7.8
	35	2.0	8.2
	40	2.0	8.4
Saturados	45	2.0	8.5
	50	2.1	8.6
	55	2.0	8.5
	1	0.3	1.1
	5	0.8	2.4
	15	1.2	4.0
	25	1.5	4.8
	35	1.7	5.3
	45	1.7	5.6
	50	1.7	5.6
	55	1.7	5.6
65	1.7	5.3	
75	1.5	4.8	
85	1.2	4.0	
95	0.3	2.0	

Tabla 4—Repetibilidad y Reproducibilidad de muestras que contienen oxigenados

	Rango	Repetibilidad % volumen	Reproducibilidad
Aromáticos	13-40	1.3	3.7
Olefinas ^{A,B}	4-33	$0.26 X^{0.6}$	$0.82 X^{0.6}$
Saturados	45-68	1.5	4.2
^A X= % en volumen de Olefinas. ^B varios ejemplos se calcularon para el % en volumen de olefinas a partir de la ecuación exponencial listada en la tabla 4			
Nivel		Repetibilidad	Reproducibilidad
4.0		0.6	1.9
10.0		1.0	3.3
20.0		1.6	4.9
30.0		2.0	6.3
33.0		2.1	6.6

14 Palabras claves

14.1 Aromáticos, adsorción de Indicador fluorescente (FIA), tipo de hidrocarburo, olefinas, saturados.