

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS					  	
	CARTA DE AUTORIZACIÓN						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-06	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	1 de 2

Neiva, 25 de marzo de 2015

Señores

CENTRO DE INFORMACIÓN Y DOCUMENTACIÓN

UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA

Ciudad

El (Los) suscrito(s):

Daniel Alejandro Parra Medina _____, con C.C. No. 1075262100 de Neiva____,

Carlos Enrique Montaña Castillo _____, con C.C. No. 1075259090 de Neiva____,

_____, con C.C. No. _____,

_____, con C.C. No. _____,

autor(es) de la tesis y/o trabajo de grado o _____

titulado “Montaje y estandarización del equipo para la determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre” presentado y aprobado en el año 2015 como requisito para optar al título de Ingeniero de petróleos; autorizo (amos) al CENTRO DE INFORMACIÓN Y DOCUMENTACIÓN de la Universidad Surcolombiana para que con fines académicos, muestre al país y el exterior la producción intelectual de la Universidad Surcolombiana, a través de la visibilidad de su contenido de la siguiente manera:

Los usuarios puedan consultar el contenido de este trabajo de grado en los sitios web que administra la Universidad, en bases de datos, repositorio digital, catálogos y en otros sitios web, redes y sistemas de información nacionales e internacionales “open access” y en las redes de información con las cuales tenga convenio la Institución.

- Permita la consulta, la reproducción y préstamo a los usuarios interesados en el contenido de este trabajo, para todos los usos que tengan finalidad académica, ya sea en formato Cd-Rom o digital desde internet, intranet, etc., y en general para cualquier formato conocido o por conocer, dentro de los términos establecidos en la Ley 23 de 1982, Ley 44 de 1993, Decisión Andina 351 de 1993, Decreto 460 de 1995 y demás normas generales sobre la materia.

- Continúo conservando los correspondientes derechos sin modificación o restricción alguna; puesto que de acuerdo con la legislación colombiana aplicable, el presente es un acuerdo jurídico que en ningún caso conlleva la enajenación del derecho de autor y sus conexos.

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS						  
	CARTA DE AUTORIZACIÓN						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-06	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	2 de 2

De conformidad con lo establecido en el artículo 30 de la Ley 23 de 1982 y el artículo 11 de la Decisión Andina 351 de 1993, “Los derechos morales sobre el trabajo son propiedad de los autores”, los cuales son irrenunciables, imprescriptibles, inembargables e inalienables.

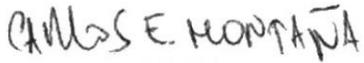
EL AUTOR/ESTUDIANTE:

Daniel Alejandro Parra Medina

Firma:  _____

EL AUTOR/ESTUDIANTE:

Carlos Enrique Montaña Castillo

Firma:  _____

EL AUTOR/ESTUDIANTE:

Firma: _____

EL AUTOR/ESTUDIANTE:

Firma: _____

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS				  		
	DESCRIPCIÓN DE LA TESIS Y/O TRABAJOS DE GRADO						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-07	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	1 de 4

TÍTULO COMPLETO DEL TRABAJO: MONTAJE Y ESTANDARIZACIÓN DEL EQUIPO PARA DETERMINACIÓN DE CORROSIVIDAD DE PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO EN LÁMINA DE COBRE SEGÚN LA NORMA ASTM D130-04

AUTOR O AUTORES:

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre
PARRA MEDINA	DANIEL ALEJANDRO
MONTAÑA CASTILLO	CARLOS ENRIQUE

DIRECTOR Y CODIRECTOR TESIS:

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre
MORALES MONDRAGÓN	HAYDEE

ASESOR (ES):

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre

PARA OPTAR AL TÍTULO DE: Ingeniero de Petróleos

FACULTAD: Ingeniería

PROGRAMA O POSGRADO: Ingeniería de Petróleos

CIUDAD: Neiva

AÑO DE PRESENTACIÓN: 2015 **NÚMERO DE PÁGINAS:** 122

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS					  	
	DESCRIPCIÓN DE LA TESIS Y/O TRABAJOS DE GRADO						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-07	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	2 de 4

TIPO DE ILUSTRACIONES (Marcar con una X):

Diagramas X Fotografías X Grabaciones en discos X Ilustraciones en general X Grabados ___ Láminas ___
 Litografías ___ Mapas ___ Música impresa ___ Planos ___ Retratos ___ Sin ilustraciones ___ Tablas o Cuadros X

SOFTWARE requerido y/o especializado para la lectura del documento: NO

MATERIAL ANEXO:

ANEXO A: NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test

ANEXO B: Traducción NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test

ANEXO C: NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)

ANEXO D: Traducción NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)

ANEXO E: Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y Calibración (5. Métodos de ensayo y calibración y Validación de los Métodos)

ANEXO F: Reportes de resultados pruebas de corrosión en lámina de cobre Laboratorio de crudos y derivados Universidad Nacional de Colombia sede Medellín

ANEXO G: Fotografías del procedimiento y equipos para la Determinación de Corrosividad de Productos derivados del petróleo en Lámina de Cobre

PREMIO O DISTINCIÓN (*En caso de ser LAUREADAS o Meritoria*):

PALABRAS CLAVES EN ESPAÑOL E INGLÉS:

<u>Español</u>	<u>Inglés</u>	<u>Español</u>	<u>Inglés</u>
1. Solventes industriales	Industrial Solvents	6. _____	_____
2. Refinamiento	Refinement	7. _____	_____
3. Azufre	Sulfur	8. _____	_____
4. Validación	Validation	9. _____	_____
5. Baño maría	Maria bath	10. _____	_____

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS						  
	DESCRIPCIÓN DE LA TESIS Y/O TRABAJOS DE GRADO						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-07	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	3 de 4

RESUMEN DEL CONTENIDO: (Máximo 250 palabras)

Cuando el petróleo es extraído del subsuelo, generalmente trae consigo muchas impurezas, razón por la cual debe ser sometido a rigurosos procesos de limpieza y refinamiento. Sin embargo, resulta casi imposible erradicar estas impurezas de los derivados del petróleo en su totalidad; uno de los agentes contaminantes asociados a los productos derivados del petróleo que más ocasiona problemas, es el Azufre, debido a su alta tendencia a generar corrosión en superficies metálicas. La industria petrolera utiliza derivados del petróleo en grandes proporciones para el funcionamiento de sus máquinas, entonces se hace necesario cuantificar el nivel de corrosividad que generan dichos derivados del petróleo para mitigar sus efectos.

En este proyecto, se llevó a cabo el montaje de la prueba para la determinación de productos derivados del petróleo en lámina de cobre según los lineamientos de la norma ASTM D130-04 que estandariza dicho procedimiento, se realiza mediante la inmersión de una lámina de cobre en 30 ml de la muestra objeto del análisis, y posteriormente se lleva a un baño de maría a “x” temperatura y “y” tiempo establecidos por la norma para cada sustancia derivada del petróleo. Una vez culminado este proceso, la lámina es extraída del tubo de ensayo y se compara su coloración con la tabla de estándares de corrosión de la norma ASTM D130-04. El estudio permitió validar la prueba y determinar rangos de corrosión admisibles principalmente para aceites lubricantes, combustibles y solventes a partir de 48 corridas a 12 muestras seleccionadas.

ABSTRACT: (Máximo 250 palabras)

When oil is extracted from the ground, usually brings many impurities, why should undergo rigorous cleaning and refinement. However, it is almost impossible to eradicate these impurities of petroleum in full; one of the pollutants associated with petroleum products brings more problems, Sulphur, due to its high tendency to generate corrosion on metal surfaces. Given that the industry in general and particularly the oil industry uses petroleum in large proportions for the operation of their machines, it is necessary to quantify the level of corrosivity generated by these oil derivatives to mitigate its effects.

In this project, investigators carried out the assembly of the test for determination of petroleum products in copper strip according to the guidelines of ASTM D130-04 standard that standardizes the procedure. The determination is performed by immersing a copper strip in 30 ml of the sample for analysis, and subsequently leads to a water bath at "x" temperature "and" time set by the norm for each substance derived from oil. After completion of this process, the sheet is removed from the test tube containing 30 mL of sample and coloration is compared with the table of corrosion standards ASTM standard D130-04. The study validated the test and determine allowable ranges corrosion mainly for lubricants, fuels and solvents oils from 48 runs to 12 selected samples.

	GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS					  	
	DESCRIPCIÓN DE LA TESIS Y/O TRABAJOS DE GRADO						
CÓDIGO	AP-BIB-FO-07	VERSIÓN	1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	4 de 4

APROBACION DE LA TESIS

Nombre Presidente Jurado:
Firma:

Nombre Jurado: **Luz Marina Botero Rojas**
Firma:



Nombre Jurado: **Carmen Pinzón Torres**
Firma:



**MONTAJE Y ESTANDARIZACIÓN DEL EQUIPO PARA DETERMINACIÓN
DE CORROSIVIDAD DE PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO EN
LÁMINA DE COBRE SEGÚN LA NORMA ASTM D130-04**

**DANIEL ALEJANDRO PARRA MEDINA
CARLOS ENRIQUE MONTAÑA CASTILLO**

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS
NEIVA (HUILA)
2014**

**MONTAJE Y ESTANDARIZACIÓN DEL EQUIPO PARA DETERMINACIÓN
DE CORROSIVIDAD DE PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO EN
LÁMINA DE COBRE SEGÚN LA NORMA ASTM D130-04**

**Trabajo de tesis para optar por el título de
INGENIERO DE PETROLEOS**

**DANIEL ALEJANDRO PARRA MEDINA
CARLOS ENRIQUE MONTAÑA CASTILLO**

DIRECTOR(A)

**ING. HAYDEE MORALES MONDRAGON
INGENIERA DE PETRÓLEOS- ESPECIALISTA EN INGENIERÍA
AMBIENTAL**

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS
NEIVA (HUILA)
2014**

Nota de aceptación

Jurado

Jurado

DEDICATORIA

Este trabajo lo dedico primero a Dios quien nos permite hacer todo lo que hacemos, a mi familia de quienes siempre tuve todo el apoyo en todo sentido para desarrollar mis estudios; A mi madre María del Pilar quien con esfuerzo y amor ha brindado su apoyo durante toda mi vida, a quien se la debo. A mis tías Ingrid y Clara Isabel quienes han sido como dos madres más para mí siempre preocupadas por mi bienestar y a quienes debo inmensa gratitud. A mi padre que a pesar de que no está a mi lado para ver mis logros, desearía hacerle sentir orgulloso. Hago extensiva esta dedicatoria a todos los docentes que he tenido durante mi carrera y colegio ya que cada uno de ellos jugó un papel fundamental en mi formación académica y moral.

DANIEL ALEJANDRO PARRA MEDINA

Dedico este trabajo a mis padres Enrique y Milta Ruth Q.E.P.D porque gracias a su amor, esfuerzo y dedicación para conmigo, hoy obtengo un gran logro en mi vida; a mi abuelita Sara Q.E.P.D quien fue madre, amiga, consejera... Al amor de mi vida, Daniela, por brindarme siempre su amor y apoyo incondicional a cada instante. A mis padrinos Arley y Martha, por su inmensa generosidad, afecto y buenos consejos, A Luz Marid y mi tío Manuel por su calor de hogar y a toda mi familia y amigos por el apoyo brindado en los momentos difíciles que me hicieron crecer como persona y darle un rumbo a mi vida.

CARLOS ENRIQUE MONTAÑA CASTILLO

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a las siguientes personas, que sin su colaboración no hubiera sido posible este trabajo:

HAYDEEE MORALES MONDRAGON: Ingeniera, profesora y directora del proyecto, por brindarnos su apoyo en el desarrollo de este proyecto, siempre atenta y amable a nuestras inquietudes y necesidades del proyecto.

GELMO TIERRADENTRO: Técnico administrativo laboratorios programa ingeniería de petróleos. Por el soporte técnico brindado en el montaje de los equipos y sus oportunos consejos para el desarrollo de las pruebas.

ALIRIO BENAVIDES: Coordinador técnico del laboratorio de crudos y derivados, Universidad Nacional de Medellín. Por su amabilidad y servicios prestados en el desarrollo de las pruebas requeridas durante el proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO TEÓRICO	17
1.1 Generalidades sobre el petróleo crudo	17
1.1.2 Derivados del petróleo	17
1.1.3 Productos generados a partir del petróleo	18
1.2 Aceites lubricantes para motor	19
1.2.1 Concepto	19
1.2.2 Funcionamiento	20
1.2.3 Clasificación	21
1.2.3.1 Clasificación SAE	22
1.2.3.2 Aceites monogrado	24
1.2.3.3 Aceites multigrado	25
1.3 Combustibles fósiles	27
1.3.1 Gasolina corriente	28
1.3.1.2 Usos	29
1.3.2 Gasolina extra	29
1.3.2.1 Usos	29
1.3.3 Diésel	30
1.3.3.1 Usos	30
1.4 Generalidades sobre el procedimiento para la determinación de corrosividad en lámina de cobre.	30
1.5 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos	31
1.5.1 Selección de los métodos	31

2.3.2.8 Aceites lubricantes	42
2.3.3. Examen de la lámina de cobre	42
2.3.3.1 Procedimiento	42
2.3.3.2 Recomendaciones	42
2.4 Personal necesario para la realización de la prueba	42
2.5 Elementos de seguridad y protección en el Laboratorio de Crudos y Derivados	43
2.5.1 Bata de laboratorio	43
2.5.2 Gafas de seguridad	43
2.5.3 Careta contra vapores orgánicos	43
2.5.4 Guantes desechables	43
2.6. Control de calidad	43
2.6.1. Prueba de fugas	43
2.6.2 Control de la temperatura	44
2.6.3 Fugas	44
2.6.4 Uso de elementos de seguridad	44
2.6.5 Hojas de seguridad de materiales y reactivos	44
2.7 Ubicación en el laboratorio de crudos y derivados	44
2.8 Procedimiento de estandarización para el método de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04	46
2.8.1 Montaje	47
2.8.2 Obtención de resultados y validación	48
2.8.2.1 Precisión	48
2.8.2.2 Exactitud	49

2.8.3 Control interno	49
3. MUESTREO PARA PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO	50
3.1 Información general	50
3.1 Recipientes de muestreo	50
3.2 Llenado de recipientes de muestreo	50
3.3 Contaminación de la muestra	50
3.4 Contaminación de las láminas	50
4. VALIDACIÓN DEL MÉTODO	51
4.1 Requisitos técnicos	51
4.2 Validación de resultados	51
4.2.1 Muestras seleccionadas	51
4.2.2 Pruebas de presión de vapor	52
4.2.2.1 Tablas de resultados de pruebas de presión de vapor por el método Reid	53
4.2.3 Resultados de análisis	54
4.2.3.1 Tabla de resultados de análisis gasolina automotriz – corriente	55
4.2.3.2 Tabla de resultados de análisis diésel	55
4.2.3.3 Tabla de resultados de análisis gasolina automotriz – extra	55
4.2.3.4 Tabla de resultados de análisis limpiador varsol	55

4.2.3.5	Tabla de resultados de análisis xileno	56
4.2.3.6	Tabla de resultados de análisis aceite lubricante SAE 20W50	56
4.2.3.7	Tabla de resultados de análisis aceite lubricante SAE 90	56
4.2.3.8	Tabla de resultados de análisis aceite lubricante SAE 15W40	56
4.2.3.9	Tabla de resultados de análisis lubricante hidráulico ISO 68	57
4.2.3.10	Tabla de resultados de análisis lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90	57
4.2.3.11	Tabla de resultados de análisis aceite lubricante monogrado SAE 50	57
4.2.3.12	Tabla de resultados de análisis aceite lubricante Multigrado SAE 20W60	58
	CONCLUSIONES	61
	RECOMENDACIONES	62
	BIBLIOGRAFIA	63

LISTA DE FIGURAS Y GRÁFICAS

	Pág.
Figura 1. Clasificación SAE	23
Figura 2. Comparación aceites monogrado y multigrado	26
Figura 3. Recipiente a presión para la lámina de prueba	33
Figura 4. Bandeja de pulido multi-lámina	36
Figura 5. Placa de estándares de corrosión en lámina de cobre	37
Figura 6. Ubicación de pruebas realizadas en el Laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Surcolombiana	45
Figura 7. Flujograma de estandarización del método	46

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Clasificación por viscosidad SAE	24
Tabla 2. Clasificación de láminas de cobre	37
Tabla 3. Resultados prueba PVR gasolina corriente	53
Tabla 4. Resultados prueba PVR diésel	53
Tabla 5. Resultados prueba PVR gasolina extra	53
Tabla 6. Resultados prueba PVR varsol	53
Tabla 7. Resultados prueba PVR xileno	54
Tabla 8. Resultados de análisis – gasolina automotriz	55
Tabla 9. Resultados de análisis – diésel	55
Tabla 10. Resultados de análisis – gasolina extra	55
Tabla 11. Resultados de análisis – varsol	55
Tabla 12. Resultados de análisis – xileno	56
Tabla 13. Resultados de análisis – aceite lubricante SAE 20W50	56
Tabla 14. Resultados de análisis – aceite lubricante SAE 90	56
Tabla 15. Resultados de análisis – aceite lubricante SAE 15W40	56
Tabla 16. Resultados de análisis – lubricante hidráulico ISO 68	57
Tabla 17. Resultados de análisis – lubricante transmisión manual SAE 80W90	57
Tabla 18. Resultados de análisis – aceite lubricante monogrado SAE 50	57
Tabla 19. Resultados de análisis – aceite lubricante multigrado SAE 20W60	58
Tabla 20. Resumen de resultados obtenidos de la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre	59
Tabla 21. Comparación de resultados obtenidos de la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre	60

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A: NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test	68
ANEXO B: Traducción NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test	78
ANEXO C: NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)	85
ANEXO D: Traducción NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)	96
ANEXO E: Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y Calibración (5. Métodos de ensayo y calibración y Validación de los Métodos)	108
ANEXO F: Reportes de resultados pruebas de corrosión en lámina de cobre Laboratorio de crudos y derivados Universidad Nacional de Colombia sede Medellín	113
ANEXO G: Fotografías del procedimiento y equipos para la Determinación de Corrosividad de Productos derivados del petróleo en Lámina de Cobre	119

RESUMEN

En el presente documento se establecen los requerimientos para el montaje y estandarización de la prueba para la determinación de la corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04 y cumpliendo con la norma NTC-ISO/IEC 17025 (requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración) en el laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Surcolombiana, permitiendo ofertar este servicio; además ofrece apoyo académico en la formación de futuros ingenieros.

Se presenta un reporte de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas de este método en el laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Nacional de Colombia sede Medellín.

Como parte final del desarrollo para dicha estandarización se exponen los manuales y procedimientos documentados de la prueba según lo establecido en la NTC-ISO/IEC 17025.

INTRODUCCION

En la actualidad, el petróleo es la fuente de energía que mueve el mundo; cada persona en contacto con la civilización, en cualquier rincón del planeta, necesita tanto del petróleo como de sus derivados para realizar sus actividades cotidianas.

Pero el petróleo crudo como se encuentra en la naturaleza, es de características muy variadas y contiene muchos contaminantes asociados que hacen necesario darle un tratamiento previo y específico según el propósito que tendrá el producto final.

Algunas impurezas como el contenido de azufre principalmente, son responsables del efecto corrosivo del petróleo y sus derivados en algunos metales. Aun cuando el petróleo crudo ha recibido un estricto tratamiento, es imposible eliminar en su totalidad la presencia de azufre y otras impurezas en el producto final.

Por esta razón, se hace necesario desarrollar mecanismos efectivos para determinar la corrosividad de algunos de los derivados del petróleo más utilizados.

La prueba de sumergimiento de lámina de cobre evalúa el grado relativo de corrosividad de productos derivados del petróleo, incluyendo combustibles de avión, gasolina para automóviles, gasolina natural, solventes, keroseno, combustible diésel, fuel oil destilado, aceites lubricantes, entre otros productos, lo que la hace una prueba muy útil para la industria en general y particularmente para la industria petrolera, ya que permite evaluar el comportamiento de muchos de los derivados del petróleo con las superficies metálicas de las máquinas y recipientes para las cuales fueron diseñados.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Generalidades sobre el petróleo crudo

El petróleo es una mezcla homogénea de compuestos orgánicos, principalmente hidrocarburos insolubles en agua. También es conocido como petróleo crudo o simplemente crudo. Se produce en el interior de la Tierra, por transformación de la materia orgánica acumulada en sedimentos del pasado geológico y puede acumularse en trampas geológicas naturales, de donde se extrae mediante la perforación de pozos.

En condiciones normales es un líquido bituminoso que puede presentar gran variación en diversos parámetros como color y viscosidad (desde amarillentos y poco viscosos como la gasolina hasta líquidos negros tan viscosos que apenas fluyen), densidad (entre 0,66 g/ml y 0,95 g/ml), capacidad calorífica, etc. Estas variaciones se deben a la diversidad de concentraciones de los hidrocarburos que componen la mezcla.

Es un recurso natural no renovable y actualmente también es la principal fuente de energía en los países desarrollados. El petróleo líquido puede presentarse asociado a capas de gas natural, en yacimientos que han estado enterrados durante millones de años, cubiertos por los estratos superiores de la corteza terrestre.

En Estados Unidos es común medir los volúmenes de petróleo líquido en barriles (de 42 galones estadounidenses, equivalente a 158,987294928 litros), y los volúmenes de gas en pies cúbicos (equivalente a 28,316846592 litros); en otras regiones ambos volúmenes se miden en metros cúbicos.

Debido a la importancia fundamental para la industria manufacturera y el transporte, el incremento del precio del petróleo puede ser responsable de grandes variaciones en las economías locales y provoca un fuerte impacto en la economía global.

1.1.2 Derivados del petróleo

Un derivado del petróleo es un producto procesado en una refinería, usando como materia prima el petróleo. Según la composición del crudo y la demanda, las refinerías pueden producir distintos productos derivados del petróleo. La mayor parte del crudo es usado como materia prima para obtener

energía, por ejemplo la gasolina. También producen sustancias químicas que se pueden utilizar en procesos químicos para producir plástico y/u otros materiales útiles. Debido a que el petróleo contiene un 2% de azufre, se obtienen cantidades considerables de este. Hidrógeno y carbón en forma de coque de petróleo pueden ser producidos también como derivados del petróleo.

1.1.3 Productos generados a partir del petróleo

- Gasolinas líquidas: La gasolina es una mezcla de hidrocarburos alifáticos obtenida del petróleo por destilación fraccionada, que se utiliza como combustible en motores de combustión interna con encendido por chispa convencional o por compresión, así como en estufas, lámparas, limpieza con solventes y otras aplicaciones.
- Lubricantes: Ampliamente utilizados en motores de combustión interna; su propósito principal es lubricar las partes móviles reduciendo la fricción. Además de lubricar, el aceite también limpia, inhibe la corrosión y reduce la temperatura del motor transmitiendo el calor lejos de las partes móviles para disiparlo.
- Parafinas: Es la materia prima para la elaboración de velas y similares, ceras para pisos, fósforos, papel parafinado, vaselinas, fármacos, etc.
- Cloruro de polivinilo (PVC): Se caracterizan por su alta resistencia a la abrasión y a los productos químicos. Se utilizan para hacer manteles, cortinas para baño, muebles, alambres y cables eléctricos. También se utilizan para la fabricación de sistemas de riego, techado y botellas.
- Polietileno: Materia prima para la fabricación de plásticos.
- Negro de humo: Materia prima para la fabricación de neumáticos.
- Detergentes: Ampliamente utilizados en tareas de aseo y lavandería.
- Producción de thinner: Solvente industrial para pinturas.

- Azufre: Está presente en el petróleo crudo en forma de compuestos de azufre y sirve para la obtención de ácido sulfúrico, el cual es muy utilizado en diversos procesos industriales.
- Brea: La brea es una precursora de algunos tipos de fibras de carbono y grafito.
- Asfalto: Utilizado para la pavimentación de carreteras.
- Petroquímicos: Los productos petroquímicos incluyen todas las sustancias químicas que se derivan de la industria petroquímica. La industria petroquímica moderna data de finales del siglo XIX. La mayor parte de los productos petroquímicos se fabrican a partir de un número relativamente pequeño de hidrocarburos, entre ellos el metano, el etano, propano, butano y los aromáticos que derivan del benceno, entre otros.

La petroquímica posibilita la producción de fertilizantes, pesticidas y herbicidas, la obtención de asfalto y fibras sintéticas y la fabricación de distintos plásticos. Los guantes, los borradores y las pinturas, entre muchos otros artículos de uso cotidiano, forman parte de la producción petroquímica.

1.2 Aceites lubricantes para motor

1.2.1 Concepto

Se llama aceite de motor, por extensión, a todo aceite que se utiliza para lubricar los motores de combustión interna. Su propósito principal es lubricar las partes móviles reduciendo la fricción. Además de lubricar, el aceite también limpia, inhibe la corrosión y reduce la temperatura del motor transmitiendo el calor lejos de las partes móviles para disiparlo. Los primeros aceites utilizados fueron los extraídos de grasas animales y vegetales. A medida que avanzó la técnica, y las exigencias de los motores, se empezaron a usar los compuestos químicos derivados del petróleo de mayor calidad y acorde con las necesidades industriales en ese momento. Estos aceites, que consisten principalmente en hidrocarburos y compuestos orgánicos de carbono e hidrógeno, son enriquecidos con diferentes compuestos químicos para mejorar sus cualidades. La tecnología actual, no obstante, los está dejando obsoletos y están siendo desplazados progresivamente por los

aceites sintéticos formulados enteramente en laboratorio y con prestaciones muy superiores a los derivados del petróleo que presentan algunas impurezas con potencial corrosivo.

1.2.2 Funcionamiento

Dentro de los usos del aceite para motor se incluyen automóviles, motocicletas, autobuses, vehículos comerciales, karts, botes, cortacéspedes, tractores, trenes, aviones, diversos equipamientos para la construcción y la agricultura y motores estáticos como generadores eléctricos. En los motores hay componentes que se mueven a distancias muy reducidas causando fricción, provocando así la pérdida de energía motriz en calor disipado. El contacto entre superficies en movimiento también desgasta los componentes, desembocando en una reducción de la eficiencia y en una degradación del motor. Esto, a su vez, supone un aumento del consumo de combustible y reduce la potencia del motor y puede, en casos extremos, causar una avería irreversible del motor.

El aceite lubricante crea una película separadora entre las superficies móviles adyacentes para minimizar el contacto directo, el desgaste y la producción de calor, protegiendo así al motor. Gracias a la buena conductividad de calor del aceite, al ponerse en contacto con una superficie caliente permite absorber parte del calor para transmitirlo a otro sitio, normalmente al aire o a un disipador de algún tipo.

En los motores de gasolina, el anillo de compresión superior puede llegar a exponer el aceite de motor a temperaturas de hasta 160 °C. En los motores diésel, el anillo superior puede exponer el aceite a temperaturas superiores a los 315 °C. Los aceites de motor con índices de viscosidad superiores, se debilitan menos a altas temperaturas.

Recubriendo componentes metálicos con aceite se evita su exposición al oxígeno, evitando así su oxidación a altas temperaturas, salvaguardando al motor de la corrosión. También pueden añadirse al aceite inhibidores de corrosión. Muchos aceites de motor tienen aditivos detergentes y dispersantes para mantener el motor limpio y minimizar la formación de compuestos sólidos grasientos.

El roce de componentes metálicos produce, inevitablemente, partículas metálicas microscópicas. Estas partículas podrían desplazarse en el aceite causando una mayor erosión y desgaste de las piezas móviles. Precisamente

para filtrar esas partículas existen los filtros de aceite. Una bomba de aceite, una salida o un bomba de dientes alimentado por el motor del vehículo se encargan de bombear el aceite a través del filtro. Existen dos tipos de filtros, de flujo completo, o de bifurcación.

En el caso del cigüeñal del motor de un vehículo, el aceite lubrica las superficies móviles o rotatorias entre los cojinetes del cigüeñal y las bielas que unen los pistones al cigüeñal. El aceite se recolecta en el fondo del cárter de aceite. En algunos motores de reducido tamaño, como por ejemplo el de un cortacésped, piezas del fondo de las bielas se sumergen en el aceite salpicando la carcasa para lubricar los componentes internos. En los motores de los vehículos modernos, la bomba de aceite toma el aceite del depósito de aceite y lo envía a través del filtro de aceite a galerías, desde las cuales el aceite lubrica los rodamientos principales ayudando a los diferentes rodamientos que operan las válvulas. En los vehículos convencionales de la actualidad, aceite a presión, proveniente de las galerías de aceite en dirección a los rodamientos principales, se introduce en los orificios de los rodamientos principales del cigüeñal. Desde estos orificios hacia los rodamientos principales, el aceite se mueve a través de los pasajes dentro del cigüeñal hacia orificios de salida en la barra con los rodamientos, con el fin de lubricar los rodamientos de la barra y las bielas. Algunos diseños sencillos se basan en estas piezas que se mueven a alta velocidad para salpicar y lubricar las superficies en contacto entre los anillos de los pistones y la superficie interior de los cilindros. Sin embargo, los diseños modernos cuentan con canales a través de las barras que transportan el aceite desde las bielas hasta la conexión entre el embolo y el pistón, lubricando las superficies de contacto entre los anillos del pistón y las superficies interiores de los cilindros. La película de aceite también sirve como sello entre los anillos del pistón y las paredes del cilindro para separar la cámara de combustión en la cabeza del cilindro de la carcasa.

1.2.3 Clasificación

Debido a la gran cantidad de lubricantes que se fabrican actualmente, se han desarrollado clasificaciones o normas que delimitan el uso y la aplicación de los mismos. Estas normas se van actualizando constantemente para adaptarlas a las continuas innovaciones tecnológicas que se han incorporado a los motores.

En su elaboración colaboran todas las partes interesadas como son:

- Los constructores de vehículos.
- Los fabricantes de lubricantes.
- Otros organismos civiles y usuarios.

Las clasificaciones de los lubricantes se realizan atendiendo a dos aspectos fundamentales:

1. Clasificación por la viscosidad. Los aceites para motor se clasifican en diferentes grados de viscosidad que definen su utilización según la temperatura a la que se encuentra el motor. La clasificación más importante es la SAE.

2. Clasificación por las condiciones de servicio. Los aceites se clasifican por las diferentes condiciones de servicio que tienen que soportar en el motor según el tipo o las características técnicas del mismo. El aceite se somete a estas condiciones en laboratorio o realizando pruebas sobre los motores en banco. Las clasificaciones más importantes son:

- API.
- ACEA.
- Militares.
- Fabricantes de vehículos.

1.2.3.1 Clasificación SAE

La clasificación SAE fue creada por la Society of Automotive Engineers (Sociedad Norteamericana de Ingenieros del Automóvil).

Esta clasificación toma como referencia la viscosidad del aceite lubricante en función de la temperatura a la que está sometido durante el funcionamiento del motor, por lo que no clasifica los aceites por su calidad, por el contenido de aditivos, el funcionamiento o aplicación para condiciones de servicio especializado o el tipo de motor al que va destinado el lubricante: de explosión o Diesel.

Establece una escala numérica de aceites de motor de 10 grados SAE, que comienza en el grado SAE 0, indicativo de la mínima viscosidad de los aceites o de su máxima fluidez. Conforme el número del grado va aumentando, la viscosidad se va haciendo mayor y el aceite es más espeso.

Esta escala está dividida en dos grupos, como vemos en la figura 1:

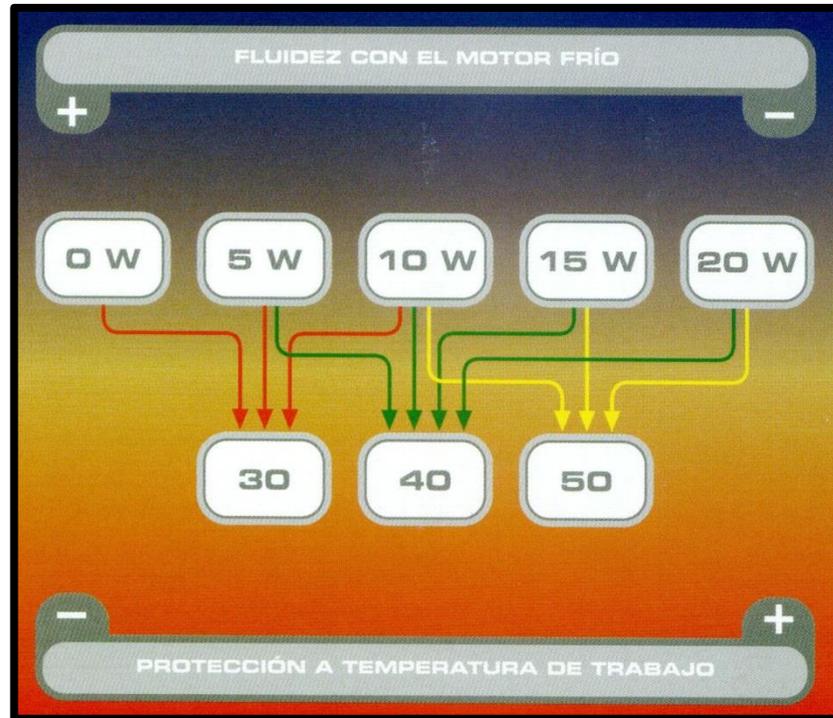


Figura 1. Clasificación SAE (**Fuente:** PÉREZ GALERA JOSÉ ANTONIO. *Clasificación de los Aceites Lubricantes*, Educarm, España, 2008.)

En el primer grupo, la viscosidad se mide a una temperatura de -18°C , lo que da una idea de su viscosidad en condiciones de arranque en frío y está dividido en los seis grados SAE siguientes: SAE 0W, SAE 5W, SAE 10W, SAE 15W, SAE 20W, y SAE 25W. La letra W es distintiva de los aceites que se utilizan en invierno y proviene del inglés (Winter).

En el segundo grupo, la viscosidad se mide a una temperatura de 100°C , lo que da idea de la fluidez del aceite cuando el motor se encuentra funcionando en caliente. En este grupo se establecen cuatro grados SAE como son: SAE 20, SAE 30, SAE 40 y SAE 50.

Los motores modernos son cada vez más rápidos y están contruidos con menor tolerancia de montaje entre las piezas, lo que requiere la utilización de aceites de bajo grado SAE, con la fluidez suficiente para circular libremente y que formen películas de espesor más fino manteniendo el grado de lubricación. Debido a ésto, los fabricantes cada vez recomiendan aceite

multigrado de baja viscosidad como son los aceites SAE 5W-30 y SAE 10W-40.

En la tabla 1 se encuentra la clasificación SAE de acuerdo a la viscosidad:

Tabla 1. Clasificación por viscosidad SAE. (**Fuente:** PÉREZ GALERA JOSÉ ANTONIO. *Clasificación de los Aceites Lubricantes, Educarm, España, 2008.*)

GRADOS SAE	TEMPERATURA MÍNIMA DE UTILIZACIÓN	VISCOSIDAD CINEMÉTICA cSt @ 100° C	VISCOSIDAD A 100° C
0 W	- 30° C	3,8	
5 W	- 25° C	3,8	
10 W	- 20° C	4,1	
15 W	- 15° C	5,6	
20 W	- 10° C	5,6	
25 W	- 5° C	9,3	
20		5,6 – 9,3	Fluido
30		9,3 – 12,5	Semifluido
40		12,5 – 16,3	Semifluido
50		16,3 – 21,9	Espeso

1.2.3.2 Aceites monogrado

Si se considera cada uno de los grados SAE definidos anteriormente de forma individual, se obtiene los denominados aceites monogrado, ya que se designan por un solo grado de viscosidad, que puede ser de invierno o de verano, e indica los márgenes de temperatura dentro de los cuales, este aceite tiene un buen comportamiento.

Los aceites monogrado son apropiados para su uso en zonas sometidas a pocos cambios de temperatura ambiente a lo largo del año. Si existen cambios importantes de invierno a verano, es necesario utilizar aceites de un grado SAE bajo para el invierno (SAE 10 W) y otro aceite de grado SAE alto, para utilizar en verano (SAE 40).

Entre los aceites monogrado se encuentran los siguientes:

- SAE 40. Usado para motores de trabajo pesado y en tiempo de mucho calor (verano).
- SAE 30. Sirve para motores de automóviles en climas cálidos.
- SAE 20. Empleado en climas templados o en lugares con temperaturas inferiores a 0° C, antiguamente se utilizaba para el rodaje de motores nuevos. Actualmente no se recomienda su uso.
- SAE 10. Empleado en climas con temperaturas menores a 0° C.

Los aceites monogrado no son solicitados actualmente por ningún fabricante de vehículos, dado lo limitado de su funcionamiento a diferentes temperaturas. Solamente son utilizados en situaciones especiales como por ejemplo motores con problemas de compresión, etc.

1.2.3.3 Aceites multigrado

Cuando existen cambios importantes en la temperatura ambiente de una zona o de un país, se pueden utilizar también aceites multigrado, de forma que, con la utilización de un solo aceite, se cubre el engrase del motor durante todo el año.

Estos aceites, se formulan para mantener estable la viscosidad frente a los cambios de temperatura y cumplir con los requerimientos de más de un grado de esta clasificación, por lo que se pueden utilizar en un rango de temperaturas más amplio que los aceites monogrado.

Estos aceites se identifican por dos grados SAE, pertenecientes uno a cada grupo de los mencionados anteriormente, como por ejemplo: SAE 10W40. Esto indica que este aceite se comporta como un SAE 10W cuando el motor se encuentra a bajas temperaturas, manteniendo la fluidez adecuada y favoreciendo el arranque en frío del motor, y como un SAE 40, más espeso, cuando el aceite del motor se encuentra entre 60° y 85° C durante el funcionamiento del motor.

Así para una mayor protección en frío, se deberá recurrir a un aceite que tenga el primer número lo más bajo posible y para obtener mayor grado de protección en caliente, se deberá incorporar un aceite que posea un elevado número para el segundo.

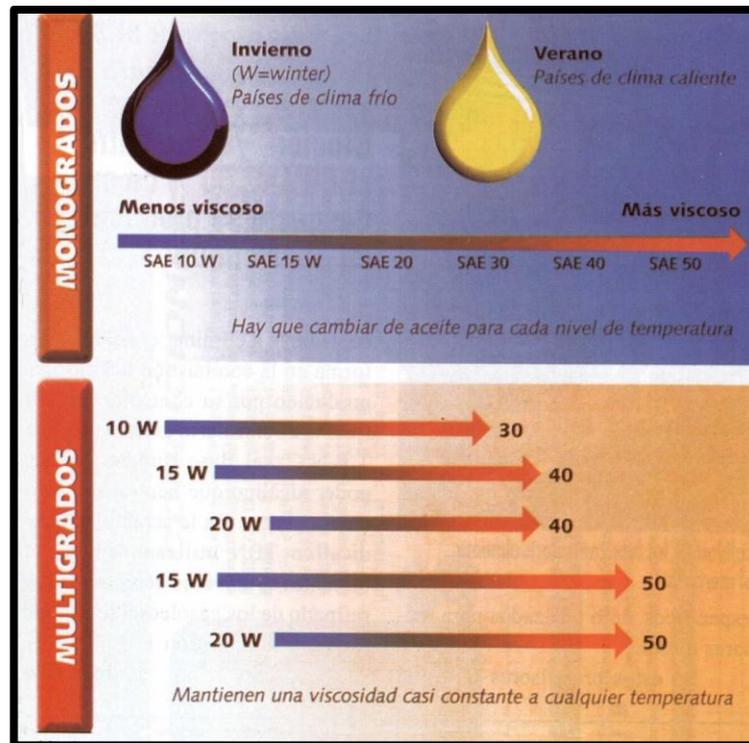


Figura 2. Comparación aceites monogrado y multigrado (**Fuente:** PÉREZ GALERA JOSÉ ANTONIO. *Clasificación de los Aceites Lubricantes*, Educarm, España, 2008.)

En la *Figura 2* se muestra una comparación entre los aceites monogrado y multigrado y sus campos de aplicación. Los aceites multigrado presentan una serie de ventajas sobre los monogrado como son:

- Son más estables ante los cambios de temperatura.
- Llegan rápidamente a las piezas debido a su baja viscosidad en frío.
- Permiten un arranque más rápido del motor en frío, con un menor desgaste del mismo, mayor vida útil de la batería y del motor de arranque. Ésto se comprueba no solamente en climas fríos, sino también a temperaturas ambiente moderadas como 20° C. La diferencia entre un multigrado y un monogrado en estos casos es notoria ya que el primero establece la lubricación adecuada en la mitad de tiempo que el segundo.

- Eliminan la necesidad de cambios estacionales del aceite.
- Presentan mejores prestaciones para el trabajo a bajas temperaturas ya que los huelgos en los motores modernos son cada vez menores, el aceite debe fluir más rápidamente para llegar a las piezas vitales del motor, especialmente la lubricación del turbocompresor.
- También se comportan muy bien a altas temperaturas, con una película más resistente a altas cargas que la de los aceites monogrado con una disminución del desgaste general del motor.
- Existe un ahorro importante de lubricante, ya que se logra un excelente sellado en la zona entre los segmentos y el pistón reduciendo el paso de aceite hacia la cámara de combustión, donde se quema tras lubricar el segmento superior.
- Existe un ahorro de combustible debido a su mayor fluidez a bajas temperaturas que reduce las pérdidas de energía en el arranque y a su mayor capacidad para reducir la fricción en las zonas calientes y críticas del motor, gracias a los aditivos estabilizadores del índice de viscosidad.
- Mejoran sensiblemente la oxidación por degeneración.

1.3 Combustibles fósiles

Los combustibles fósiles se formaron hace millones de años a partir de restos orgánicos de plantas y animales muertos. Durante miles de años de evolución del planeta, los restos de seres vivos que lo poblaron en sus distintas etapas se fueron depositando en el fondo de mares, lagos y otras masas de agua. Allí se cubrieron por sucesivas capas de sedimentos. Las reacciones químicas de descomposición y la presión ejercida por el peso de esas capas durante millones de años, transformaron esos restos orgánicos en lo que ahora conocemos como combustibles fósiles. Son recursos no renovables.

Químicamente, los combustibles fósiles son mezclas de compuestos orgánicos mineralizados que se extraen del subsuelo con el objeto de producir energía por combustión. El origen de esos compuestos es materia orgánica

que, tras millones de años, se ha mineralizado. Se consideran combustibles fósiles al carbón, procedente de la madera de bosques del periodo carbonífero, el petróleo y el gas natural, procedentes de otros organismos.

Entre los combustibles fósiles más utilizados se encuentran los derivados del petróleo: gasolinas, naftas, gasóleo (diésel), fuelóleo; los gases procedentes del petróleo (GLP): butano, propano; el gas natural, y las diversas variedades del carbón: turba, hullas, lignitos, etc.

1.3.1 Gasolina corriente

La gasolina corriente es una mezcla compleja donde puede haber de 200 a 300 hidrocarburos distintos, formada por fracciones combustibles provenientes de diferentes procesos de refinación del petróleo, tales como destilación atmosférica, ruptura catalítica, ruptura térmica, alquilación, reformado catalítico y polimerización, entre otros.

Las fracciones son tratadas químicamente con soda cáustica para eliminar compuestos de azufre tales como sulfuros y mercaptanos que tienen un comportamiento corrosivo y retirar gomas que pueden generar depósitos en los sistemas de admisión de combustibles de los motores. Luego se mezclan de tal forma que el producto final tenga un índice antidetonante IAD de 81 octanos como mínimo. El índice es una medida de la capacidad antidetonante de la gasolina y la principal característica que identifica el comportamiento de la combustión dentro del motor. Mayor octanaje indica mejor capacidad antidetonante.

Antes de ser distribuida a las estaciones de servicio al público, los mayoristas de la gasolina le adicionan aditivos detergentes dispersantes con el fin de prevenir la formación de depósitos en todo el sistema de admisión de combustibles de los motores (carburadores, inyectores de combustible, lumbreras o puertos de entrada y asientos de las válvulas de admisión). También se adiciona una sustancia química, llamada "marcador", que permite obtener información sobre la procedencia del combustible sin que modifique la calidad del producto.

En Colombia se le denomina comercialmente como "Gasolina Corriente". Otros nombres que se le da a este producto son gasolina regular o gasolina unleaded 81.

1.3.1.2 Usos

Esta gasolina se halla diseñada para utilizarse en motores de combustión interna de encendido por chispa y de baja relación de compresión (menos de 9:1). Sin embargo, también puede mantener un comportamiento adecuado en motores de mayor relación pero en altitudes por encima de 2000 metros sobre el nivel del mar. Puede ser mezclada en cualquier proporción con gasolina de mayor o menor octanaje hasta conseguir una mezcla con el octanaje apropiado, según los requerimientos del motor y en cualquier altitud.

1.3.2 Gasolina extra

La gasolina extra es una mezcla compleja de 200 a 300 hidrocarburos diferentes, formada por fracciones combustibles provenientes de distintos procesos de refinación del petróleo, tales como destilación atmosférica, ruptura catalítica, ruptura térmica, alquilación, reformado catalítico y polimerización, entre otros.

Las fracciones son tratadas químicamente con soda cáustica para eliminar compuestos de azufre tales como sulfuros y mercaptanos que tienen un comportamiento corrosivo y retirar gomas que pueden generar depósitos en los sistemas de admisión de combustibles de los motores. Luego se mezclan de tal forma que el producto final tenga un Índice antidetonante IAD de 87 octanos como mínimo. Antes de ser distribuida a las estaciones de servicio al público, los mayoristas de la gasolina le adicionan aditivos detergentes dispersantes con el fin de prevenir la formación de depósitos en todo el sistema de admisión de combustibles de los motores (carburadores, inyectores de combustible, lumbreras o puertos de entrada y asientos de las válvulas de admisión). También se adiciona una sustancia química, llamada "marcador", que permite obtener información sobre la procedencia del combustible sin que modifique la calidad del producto.

En Colombia se le denomina comercialmente como "Gasolina extra". Otros nombres que se le da a este producto son gasolina premium o gasolina unleaded 87.

1.3.2.1 Usos

Esta gasolina se ha usado en motores de combustión interna de encendido por chispa y de alta relación de compresión (mayor de 9:1) y para la mayoría de los motores en cualquier altitud. Puede mezclarse en cualquier proporción

con gasolina de mayor o menor octanaje hasta conseguir una mezcla con el octanaje apropiado según los requerimientos del motor y en cualquier altitud.

1.3.3 Diesel

El diésel o aceite combustible para motores (ACPM) es un destilado medio obtenido de la destilación atmosférica del petróleo crudo. Su calidad de ignición se caracteriza por el Índice de cetano o el Número de cetano. El primero se calcula a partir de algunas propiedades de la destilación, el segundo resulta más preciso porque es medido en un motor bajo unas condiciones estándar.

1.3.3.1 Usos

Como combustible en motores diesel que operan bajo condiciones de alta exigencia; para generación de energía eléctrica y mecánica; y en quemadores de hornos, secadores y calderas.

1.4 Generalidades sobre el procedimiento para la determinación de corrosividad en lámina de cobre

El petróleo crudo contiene compuestos de azufre, la mayoría de los cuales se eliminan durante la refinación. Sin embargo, de los compuestos de azufre remanentes en el producto de petróleo, algunos pueden tener una acción corrosiva sobre diferentes metales y esta corrosividad no necesariamente está relacionada directamente con el contenido de azufre total. El efecto puede variar según los tipos químicos de compuestos de azufre presentes. La prueba de corrosión en tira de cobre está diseñada para evaluar el grado relativo de la corrosividad de un producto derivado del petróleo.

Este método de prueba cubre la determinación de la corrosividad al cobre de la gasolina de aviación, combustible para turbinas de aviación, gasolina automotriz, solventes limpiadores, queroseno, gasóleo, aceite combustible destilado, lubricantes de petróleo y gasolina natural u otros hidrocarburos con una presión de vapor no mayor que 124 kPa (18 psi) a 37.8 °.

Se sumerge una tira de cobre pulida en un volumen determinado de la muestra que está siendo probada y se calienta bajo condiciones de temperatura y tiempo que son específicas a la clase de material que está siendo probado. Al final del período de calentamiento, la tira de cobre se

retira, se lava y se evalúa el nivel de color y el empañado contra el Estándar de Corrosión de Tira de Cobre de ASTM.

1.5 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos

El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos y/o las calibraciones dentro de su alcance. Estos incluyen el muestreo, la manipulación, el transporte, el almacenamiento y la preparación de los ítems a ensayar y/o a calibrar y, cuando corresponda, la estimación de la incertidumbre de la medición así como técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos y/o de las calibraciones.

El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y el funcionamiento de todo el equipamiento pertinente, y para la manipulación y la preparación de los ítems a ensayar o a calibrar, o ambos, cuando la ausencia de tales instrucciones pudieran comprometer los resultados de los ensayos y/o de las calibraciones. Todas las instrucciones, normas, manuales y datos de referencia correspondientes al trabajo del laboratorio se deben mantener actualizados y deben estar fácilmente disponibles para el personal. Las desviaciones respecto de los métodos de ensayo y de calibración deben ocurrir solamente si la desviación ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente.

1.5.1 Selección de los métodos

El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo y/o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y/o las calibraciones que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio debe asegurarse de que utiliza la última versión vigente de la norma, a menos que no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la norma debe ser complementada con detalles adicionales para asegurar una aplicación coherente.

Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en normas internacionales, regionales o nacionales, por organizaciones técnicas reconocidas, o en libros o revistas científicas especializados, o especificados por el fabricante del equipo. También se pueden utilizar los métodos desarrollados por el laboratorio o los métodos adoptados por el laboratorio si

son apropiados para el uso previsto y si han sido validados. El cliente debe ser informado del método elegido. El laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos o las calibraciones. Si el método normalizado cambia, se debe repetir la confirmación.

Si el método propuesto por el cliente se considera inapropiado o desactualizado, el laboratorio debe informárselo.

1.5.2 Métodos desarrollados por el laboratorio

La introducción de los métodos de ensayo y de calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso debe ser una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados. Los planes deben ser actualizados a medida que avanza el desarrollo y se debe asegurar una comunicación eficaz entre todo el personal involucrado.

1.5.3 Métodos no normalizados

Cuando sea necesario utilizar métodos no normalizados, éstos deben ser acordados con el cliente y deben incluir una especificación clara de los requisitos del cliente y del objetivo del ensayo y/o de la calibración. El método desarrollado debe haber sido validado adecuadamente antes del uso.

1.5.4 Validación de los métodos

1.5.4.1 La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.

1.5.4.2 El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto. La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.

2. MONTAJE DE LA PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CORROSIVIDAD DE PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETROLEO EN LÁMINA DE COBRE

2.1 EQUIPO

2.1.1. Bomba a presión para la lámina de prueba

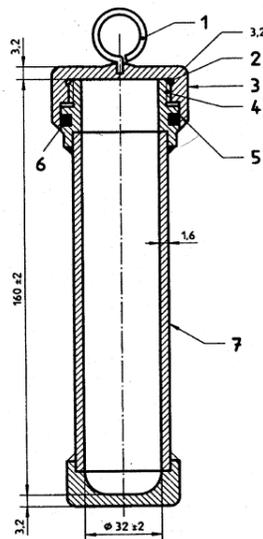


Figura 3. Recipiente a presión para la lámina de prueba (**Fuente:** ASTM D130-04)

Descripción:

1. Ojo de levantamiento
2. Ranura ancha para alivio de presión
3. Tapa estriada
4. Doce hilos por pulgada rosca NF o equivalente
5. Curvatura dentro de la tapa para proteger el anillo "O" al cerrar recipiente a presión

6. Anillo de caucho sintético "O" sin azufre

7. Tubo sin soldadura

Material: Acero inoxidable

Construcción soldada

Presión manométrica máxima de prueba: 700 kPa (100 psi)

NOTA 1: Dimensiones en milímetros.

NOTA 2: Todas las dimensiones sin límites de tolerancia son valores nominales.

Este recipiente está construido de acero inoxidable de acuerdo a las dimensiones de la **figura 3**. El recipiente deberá ser capaz de resistir una prueba de presión de 700 kPa (100 psi). Diseños alternativos para la tapa del recipiente y uniones sintéticas pueden usarse a menos que las dimensiones internas del recipiente no sean las mismas mostradas en la figura 3.

Las dimensiones internas del recipiente de presión son: diámetro nominal 25 mm por 150 mm, para que el tubo de ensayo de prueba pueda introducirse dentro del recipiente de presión debe cumplir mínimamente con estas dimensiones.

2.1.2 Tubos de ensayo

Éstos están hechos de vidrio de borosilicato, de diámetro nominal 25 mm por 150 mm. Las dimensiones internas se revisan usando una lámina de cobre de prueba, cuando se agreguen 30 ml de líquido al cilindro de prueba con la lámina de cobre adentro, un nivel mínimo de 5 mm deberá estar por encima de la parte superior de la lámina.

2.1.3. Baños de la prueba

2.1.3.1 Baño en general

Pueden usarse todos los baños líquidos que puedan ser capaces de mantener la temperatura de la prueba $\pm 1^{\circ}\text{C}$ (2°F) de la temperatura de prueba requerida.

2.1.3.2 Baño líquido usado para sumergir el recipiente de presión

El baño deberá ser suficientemente profundo para sumergir uno o más recipientes de presión (**2.1.1**) completamente durante la prueba. Como medio del baño, use agua o cualquier líquido que pueda controlar satisfactoriamente la temperatura de la prueba. El baño deberá estar equipado con soportes adecuados para asegurar cada recipiente de presión en posición vertical mientras este sumergido.

2.1.3.3 Baños usados para tubos de ensayo

Estos baños líquidos deben estar equipados con soportes adecuados para asegurar cada tubo de prueba en posición vertical a una profundidad de 100 mm (4 pg.) medidos desde el fondo del tubo de prueba a la superficie del baño. Como medio del baño líquido, el agua y aceites son satisfactorios y controlables para la temperatura específica de la prueba.

Los baños de un solo bloque deberán tener el mismo control de temperatura y las mismas condiciones de inmersión y deberán ser satisfactorios en la medición de la temperatura (transferencia de calor) para cada clase de producto, corriendo pruebas en tubos llenados con 30 ml de producto, más una lámina de cobre de las dimensiones nominales dadas, incluyendo un sensor de temperatura.

2.1.4 Dispositivo sensor de temperatura

Este debe ser capaz de monitorear la temperatura de prueba deseada en el baño con una precisión de $\pm 1^{\circ}\text{C}$ o mejor. Los termómetros de inmersión total son los recomendados para usarse en la prueba. Al usarlos, no más de 10 mm (4 pg) del mercurio debe extenderse por encima de la superficie del baño a la temperatura de la prueba.

2.1.5 Bandeja de pulido

Esta es usada para asegurar la lámina de cobre firmemente sin estropear los bordes mientras se pule (**Figura 4**). Otros tipos de sujetadores pueden usarse verificando que la lámina sea agarrada con fuerza y que la superficie de la lámina que se está puliendo este soportada por encima de la superficie del sujetador.

2.1.6. Tubos para visualización de la lámina

Use tubos planos de vidrio para proteger las láminas de cobre corroídas, para inspección cercana y comparación con los estándares de corrosión de la prueba. El tubo de visualización deberá tener dimensiones suficientes para permitir la introducción de una lámina de cobre y fabricado de vidrio libre de estrías o defectos similares.

2.1.7. Pinzas

Fabricadas de acero inoxidable o politetrafluoroetileno (PTFE), para ser utilizadas en la manipulación de las láminas de cobre, son las adecuadas para usar durante la prueba.

2.1.8. Dispositivo de temporización

Este puede ser electrónico o manual, capaz de medir con precisión la duración de la prueba dentro del rango de tolerancia admitido.

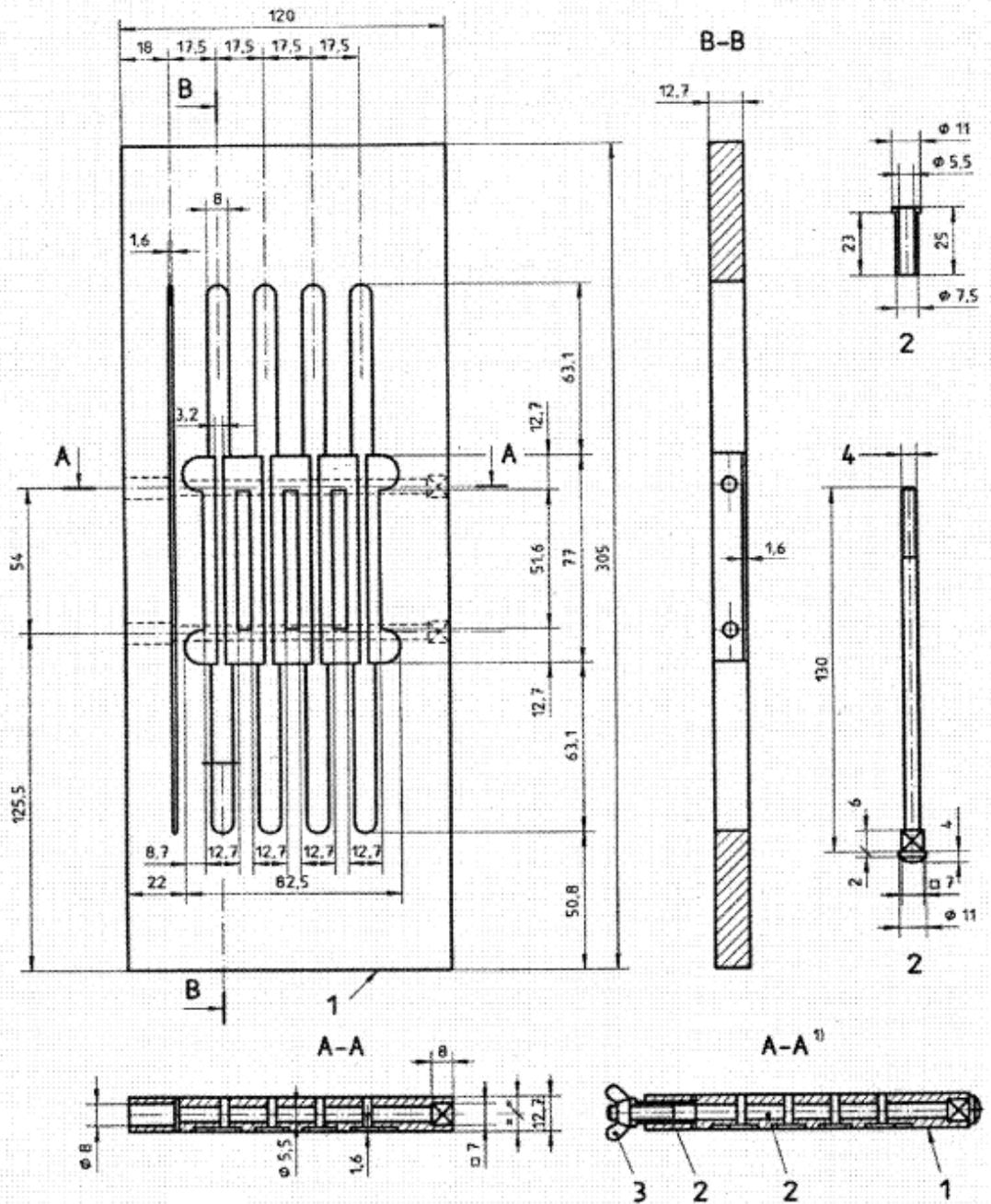


Figura 4. Bandeja de pulido multi-lámina. (*Fuente: ASTM D130-04*)

2.1.9 Placa de estándares de corrosividad en lámina de cobre

Ésta consiste en reproducciones de color típico de las láminas de prueba que representan grados crecientes de la tinción y la corrosión; las reproducciones están encerradas para la protección en plástico y compuestas en forma de una placa.



Figura 5. Fotografía de placa de estándares de corrosión en lámina de cobre.
(Fuente: Los Autores)

La clasificación de la corrosión se hace con la **Tabla 2:**

Tabla 2. Clasificación de Láminas de cobre. (Fuente: ASTM D130-04)

CLASIFICACIÓN	DESGINACIÓN	DESCRIPCIÓN
Lámina recién pulida	N/A	Para comparación de la lámina recién pulida
1	Tinción ligera	a. Naranja claro, casi la misma tira como recién pulido
		b. naranja oscuro
2	Tinción moderada	a. Rojo vino tinto
		b. Lavanda
		c. Multicolor con lavanda azul o plata, o ambos, superpuesto en rojo vino tinto
		d. Plateado
		e. Bronce u Oro
3	Tinción oscura	a. Magenta nublado sobre bronce
		b. Multicolor mostrando rojo y verde (pavo real), pero no gris
4	Corrosión	a. Negro transparente, de color gris oscuro o marrón con verde pavo real casi sin mostrarlo
		b. Grafito o negro sin brillo
		c. Negro brillante

2.2. MATERIALES

2.1.1 Láminas de cobre

Se usan láminas de cobre de 12,5 mm (1/2 pulgada) de ancho, 1,5 mm a 3,0 mm (1/6 de pulgada - 1/8 de pulgada) de espesor y 75 mm (3 pulgadas) de largo, con superficie lisa, con templado duro y acabado en frío, con una pureza superior al 99,9 %; generalmente es adecuado el material que se usa en barraje eléctrico. Las láminas se pueden usar repetidamente pero se deben desechar cuando las superficies se deformen.

2.1.2 Solvente de lavado: Se usa acetona o 2,2,4-trimetilpentano grado ensayo de octanaje.

2.1.3. Papel lija: Lija de carburo de silicio de diferentes grados de finura, incluyendo la de 65 μm (grano 240).

2.1.4. Polvo de carburo de silicio: El tamaño del grano de este polvo debe ser de 105 μm (tamiz 150)

2.1.5. Algodón: Este es algodón absorbente grado farmacéutico.

2.1.6. Guantes desechables: Para proteger las manos de sustancias nocivas y proteger las láminas del contacto con los dedos durante la prueba, pueden ser de látex.

2.1.7. Papel filtro: Este se usa para el secado y limpieza de las láminas de cobre.

2.3. PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACION DE CORROSIVIDAD DE PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETROLEO EN LAMINA DE COBRE

2.3.1 Preparación de las láminas de prueba:

2.3.1.1 Preparación de la superficie

Eliminar todas las imperfecciones de la superficie a partir de los seis lados de la lámina usada en un análisis anterior. Una forma de lograr esto es utilizar lija de acero fino o papel de carburo de silicio o un paño de tales grados de finura como sea necesario para lograr los resultados deseados de manera eficiente. Usar papel con 65 μm de carburo de silicio o de lija. Elimine de todas las marcas que se hayan podido realizar por otros tipos de papel utilizados anteriormente. Asegúrese de que la lámina de cobre preparada, es protegida

de la oxidación antes de la preparación final, se debe sumergir la lámina en solvente de lavado del que debe ser retirada inmediatamente para la preparación final (pulido) o en el que se puede almacenar para su uso futuro.

2.3.1.2 Procedimiento práctico manual para la preparación de superficies de la lámina

Colocar una hoja de papel lija sobre una superficie plana y humedecerlo con queroseno o solvente de lavado. Frote la lámina contra el papel de carburo de silicio o un paño con un movimiento circular, procure la protección de la lámina del contacto con los dedos utilizando papel de filtro sin usar o el uso de guantes desechables. Como otra opción, la superficie de la tira se puede preparar mediante el uso de máquinas accionadas por motor, que use los grados adecuados de papel lija.

2.3.1.3 Preparación final para las láminas de cobre

Extraiga una lámina de su ubicación preservada. Para evitar la posible contaminación de la superficie durante la preparación final, no permita que los dedos entren en contacto directo con las láminas de cobre, se recomienda el uso de guantes desechables o la preparación de las láminas en los dedos protegidas con papel de filtro sin usar. Pula primero los extremos y luego los lados con papel lija (malla 150), recoja granos de carburo de silicio con una almohadilla de algodón humedecido con disolvente. Limpiar vigorosamente con almohadillas frescas de algodón y manejar posteriormente sin tocar la superficie de la tira con los dedos. Sujete la lámina con pinzas. Fijar en la bandeja de pulido y pulir las superficies principales con granos de carburo de silicio sobre el algodón absorbente. No pula con un movimiento circular. Frote en la dirección del eje largo de la lámina, llevando el algodón más allá del extremo de la lámina antes de cambiar la dirección. Limpie todo el polvo de metal de la tira frotando vigorosamente con almohadillas limpias de algodón absorbente hasta que la almohadilla permanezca limpia. Cuando la lámina esté limpia, inmediatamente sumergirla en la muestra preparada.

Es importante pulir toda la superficie de la lámina de manera uniforme para obtener una lámina teñida de manera uniforme. Si los bordes muestran un desgaste (superficie elíptica), es probable que muestren más corrosión que el centro. El uso de la bandeja de pulido facilitará el pulido uniforme.

Es importante seguir el orden de preparación con el material de carburo de silicio de tamaño adecuado como se describe anteriormente. La preparación

final se hace con polvo de 105 micras de carburo de silicio. Se trata de un tamaño de grano mayor que el papel de 65 micras utilizado en la etapa de preparación de la superficie. La razón para este uso de grandes granos de carburo de silicio en la preparación final es producir asperezas (rugosidad controlada) en la superficie del cobre, que actúan como sitios para la iniciación de las reacciones de corrosión.

2.3.2. Procedimiento de la prueba

2.3.2.1 Generalidades

Hay una gran variedad de condiciones de prueba y que básicamente son específicas dependiendo de las clases de producto; dentro de ciertas clases más de un conjunto de condiciones de prueba ya sea de tiempo o de temperatura, o ambos, se pueden aplicar. En general, la gasolina extra y otros combustibles de alta presión de vapor, al igual que la gasolina natural se someterán a 40 ° C. Otros productos líquidos se someterán a prueba en un tubo de ensayo a 50 ° C, 100 ° C o temperaturas aún más elevadas. Las condiciones de tiempo y temperatura que se indican a continuación son de uso general y se encuentran en las especificaciones ASTM para estos productos, si existen tales especificaciones. Éstas son, sin embargo, sólo guía. Otras condiciones también se pueden utilizar cuando sea requerido por las especificaciones o por acuerdo entre las partes (Cliente – Laboratorio). En la prueba, las condiciones de tiempo y temperatura se registran como parte del resultado.

2.3.2.2. Procedimiento para uso del recipiente o bomba a presión

Esta bomba se utiliza para gasolina de aviación y otros derivados de alta presión de vapor. Simplemente introduzca el tubo de ensayo con la muestra previamente preparada, dentro de la bomba a presión (**Fig. 3**) y siga el procedimiento de acuerdo al tipo de muestra.

2.3.2.3 Procedimiento para el uso de los tubos de ensayo

Este procedimiento se usa para la mayoría de productos líquidos, introduzca 30 ml de muestra en un tubo de ensayo (**2.1.2**), previamente medida en un recipiente con escala de volumen como una probeta. Puede utilizar un tapón para cubrir el tubo de ensayo en caso de que la muestra sea volátil o se requiera proteger la muestra debido al uso de más tiempo para el inicio de la prueba por la preparación de una o más muestras adicionales.

2.3.2.4 Gasolina de aviación y combustible para turbinas

Ponga 30 ml de muestra, completamente limpia y libre de cualquier presencia de agua y sólidos suspendidos o arrastrados en un tubo de ensayo limpio y seco de 25 mm por 150 mm. Después de 1 min de completar la preparación final (pulido), deslice la lámina de cobre en el tubo de ensayo. Colocar el tubo de ensayo con la muestra en el recipiente de presión **(2.1.1)** y apriete el tornillo de la tapa con fuerza. Si más de una muestra se va a analizar al mismo tiempo, se debe preparar cada recipiente a presión antes de sumergir completamente cada recipiente a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ($212\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$), procure que el tiempo transcurrido entre la primera y última muestra sea el menor posible. Después 2 horas \pm 5 min en el baño, retirar el recipiente de presión y sumergirse durante unos minutos en agua fría (agua de llave). Abra el recipiente de presión, retire el tubo de ensayo y examine la lámina como se describe en **2.3.3**

2.3.2.5 Gasolina Natural

Realizar la prueba tal y como se describe en **2.3.2.4** pero la temperatura debe ser $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($104\text{ }^{\circ}\text{F}$) y se debe sumergir durante 3 horas \pm 5 min.

2.3.2.6 Diesel, fuel oil, gasolina automotriz

Ponga 30 ml de muestra, completamente limpia y libre de cualquier presencia de agua y sólidos suspendidos o arrastrados, en un tubo de ensayo **(2.1.2)** químicamente limpio y seco de 25 mm por 150 mm. Después de 1 min de completar la preparación final (pulido), deslice la lámina de cobre en el tubo de ensayo. Si más de una muestra se va a analizar al mismo tiempo, se debe preparar cada muestra en cada tubo de ensayo y tapar con un tapón, tal como un corcho, antes de la colocación de cada tubo en un baño mantenido a $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($122\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$), procure que el tiempo transcurrido entre la primera y última muestra sea el menor posible. Proteja el contenido del tubo de ensayo de la luz intensa durante la prueba. Después de 3 Hrs \pm 5 min en el baño, examine la lámina. En los análisis de fuel oil y diésel, con especificaciones que no sean ASTM D 396 y D 975, use una temperatura de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($212\text{ }^{\circ}\text{F}$) durante 3 horas como condición alternativa. Algunas gasolinas de automóviles con una presión de vapor superior a 80 kPa a $37.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ han mostrado pérdidas por evaporación de más del 10% de su volumen, se estas pérdidas por evaporación son evidentes, se recomienda que use el procedimiento de recipientes a presión **(2.3.2.2)**.

2.3.2.7 Limpiadores, varsol y queroseno

Realizar la prueba tal y como se describe en **2.2.2.6** pero la temperatura debe ser $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ($212 \pm 2^{\circ}\text{F}$).

2.3.2.8 Aceites lubricantes

Llevar a cabo la prueba exactamente como se describe en **2.2.2.6** pero las pruebas pueden realizarse durante tiempos variables y a temperaturas elevadas diferentes de 100°C (212°F). Para mantener la uniformidad, se sugiere utilizar incrementos iguales de 5°C , a partir de 150°C .

2.3.3. Examen de la lámina de Cobre

2.3.3.1 Procedimiento: Vaciar el contenido del tubo de ensayo en un recipiente de tamaño adecuado. Si se utiliza un recipiente de vidrio, tal como un vaso de precipitado de 150 ml, dejar que la lámina se deslice suavemente para evitar romper el vidrio. Retire inmediatamente la lámina con pinzas y sumérgjala en solvente de lavado. Retire la lámina, seque e inspeccione la evidencia de corrosión en comparación con las Normas de Corrosión lámina de cobre. La etapa de secado de la tira se puede realizar por transferencia con papel de filtro, secado al aire, o por otros medios adecuados. Mantenga tanto la lámina reactiva y la lámina de la placa estándar, de una manera tal que la luz reflejada desde ellas esté en un ángulo de aproximadamente 45° para observar los resultados.

2.3.3.2 Recomendaciones: En el manejo de la lámina de prueba durante la inspección y la comparación, el peligro de marcado o tinción se pueden evitar si se inserta en un tubo de vidrio plano (**2.1.6**), que puede taparse con algodón absorbente.

2.4 Personal necesario para la realización de la prueba

Para la realización de esta prueba es necesario contar con dos (2) personas, una que realice la ejecución y un auxiliar, que aseguren la eficiencia de los resultados obtenidos, ya que el manejo del equipo, los tubos de ensayo y las láminas requieren bastante cuidado; además es necesario la limpieza del equipo, verificaciones de la temperatura del baño, existencia de fugas, análisis y cuidado especial para las láminas y la extracción de los tubos de ensayo que se someten a temperaturas elevadas.

En caso de que se requieran resultados para la venta del servicio, la prueba debe ser ejecutada por una persona capacitada que haga parte del laboratorio junto con un auxiliar; además deberá existir una persona responsable de la redacción, firma y entrega del reporte de la prueba de determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre; se recomienda que sea el docente responsable del laboratorio.

2.5 Elementos de seguridad y protección en el Laboratorio de Crudos y Derivados

2.5.1 Bata de Laboratorio: Debe ser una pieza de ropa amplia de manga larga que sirva en el laboratorio para protegerse de cualquier daño que puedan causar las sustancias utilizadas a la ropa o al ejecutante de la prueba. El reglamento del laboratorio dice que debe ser de uso obligatorio.

2.5.2 Gafas de Seguridad: Deben ser gafas de lente transparente; pueden usarse monogafas, si es requerido.

2.5.3 Careta contra vapores orgánicos: Debe ser una careta de respiración que contenga un filtro para vapores orgánicos, con el fin de evitar al máximo la inhalación de los componentes volátiles de la muestras en caso de realizar la prueba con alta cantidad de volátiles.

2.5.4. Guantes desechables: Estos deben usarse para evitar cualquier tipo de contacto con los solventes o las mismas muestras, además, que los mismos facilitan el cuidado de las láminas a analizar. Pueden ser guantes de latex.

2.6 Control de Calidad

Para garantizar que se verifique la correcta ejecución de las corridas, además de una práctica segura se deben realizar las siguientes acciones previas al montaje y durante la realización de cada prueba:

2.6.1. Prueba de fugas: Antes de colocar el equipo en servicio, y cuantas veces sea necesario a partir de entonces, el baño deberá ser verificado para que no existan fugas, llenándolos con agua y observando si hay algún goteo en algún punto. La bomba a presión se debe probar tapándola con aire dentro y sumergiéndola en su totalidad en un recipiente con agua verificando que no salga ninguna burbuja. Estas pruebas se realizan por aproximadamente un minuto.

2.6.2 Control de la temperatura: Las temperaturas serán controladas de acuerdo a las condiciones de la prueba, siguiendo las instrucciones del procedimiento correspondiente, además realizando revisiones periódicas del termómetro y verificando la temperatura con un termómetro adicional que cumpla con especificaciones ASTM E1.

2.6.3 Fugas: Observar el equipo a través del periodo de prueba para asegurar que esté libre de fugas. Descontinuar la prueba y descartar los resultados en cualquier momento en que una fuga sea detectada.

2.6.4 Uso de elementos de seguridad: El control de calidad exige que el personal que ejecute la prueba haga el adecuado uso de los elementos de seguridad nombrados en **2.4**, de tal forma que tanto la exactitud del proceso como la seguridad del personal sean garantizadas.

2.6.5 Hojas de seguridad de materiales y reactivos: Tener pleno conocimiento de las hojas de seguridad de cada tipo de muestra, solventes u otros reactivos a utilizar durante la prueba, ésto para tener conocimiento de las propiedades de cada uno, realizar una correcta manipulación de los mismos y saber cómo actuar en caso de cualquier emergencia.

2.7 Ubicación en el laboratorio de Crudos y Derivados

En esta prueba se manipulan combustibles que son altamente inflamables, por lo tanto la transferencia, y descargue de la muestra deben realizarse bajo estrictas condiciones de seguridad y en una zona de trabajo adecuada de tal manera que se proporcione una ventilación apropiada y zonas no expuestas al sol para no generar peligros tanto para el personal ejecutante de la prueba, como para las instalaciones del laboratorio.

Teniendo en cuenta lo anterior se recomienda que los procesos de transferencia, y descargue se realicen en recipientes adecuados y con aislamiento si es necesario. Además el sistema de ventilación (ventiladores y extractores) debe estar encendido en el momento de la ejecución de los mencionados procesos, ya que es posible que durante el calentamiento se generen vapores.

La ubicación del baño de calentamiento estará cerca de un lavadero y un punto de una pistola de compresión de aire (**Fig. 6**), ya que al realizar varias pruebas es necesario el lavado y secado de cada uno de los recipientes a usar. La cámara de ventilación del laboratorio se utiliza cuando se estén llevando a cabo procedimientos con solventes volátiles que puedan generar gases nocivos para la integridad del personal ejecutante de la prueba.

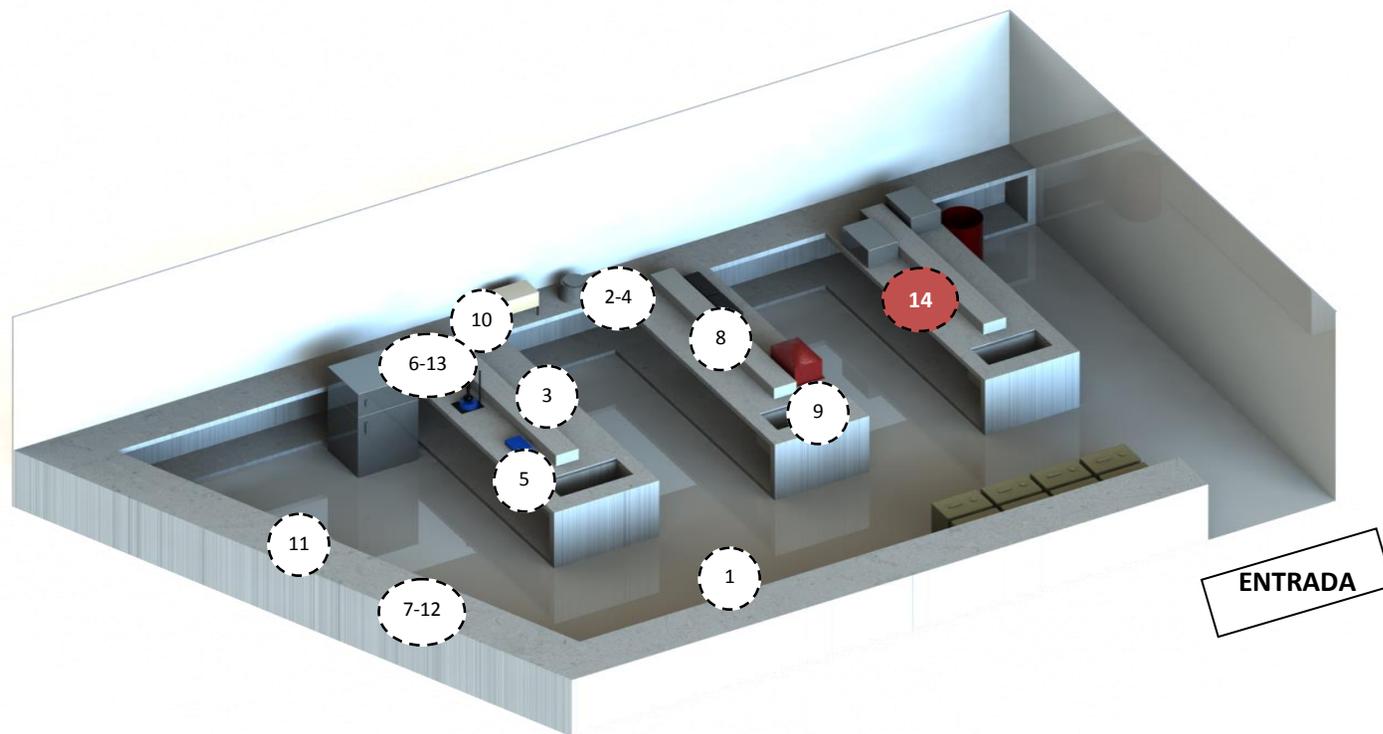


Figura 6. Ubicación de Pruebas realizadas en el Laboratorio de crudos y derivados de la Universidad Surcolombiana. (Fuente: Los Autores)

UBICACIÓN DE PRUEBAS Y EQUIPOS LABORATORIO DE CRUDOS UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA

1. Determinación de la gravedad API y la gravedad específica del petróleo crudo y derivados del petróleo (Método del Termo-hidrómetro)
2. Determinación del contenido del agua y sedimentos en el petróleo crudo por el método de la centrifuga
3. Determinación del contenido de agua en un crudo por destilación
4. Prueba piloto para la identificación y tratamiento de emulsiones
5. Determinación de sal en el crudo por el método de potenciómetro
6. Método de prueba estándar para la determinación de la presión de vapor de productos derivados del petróleo (Vapor REID)
7. Determinación del punto de chispa y el punto de inflamación por el método de cámara abierta de Cleveland
8. Método patrón de análisis de viscosidad Saybolt
9. Método estándar para la determinación de la viscosidad cinemática de líquidos opacos y transparentes (y cálculos de viscosidad dinámica)
10. Método estándar para la determinación de los productos del petróleo por destilación.
11. Determinación de agua en petróleos crudos por titulación potenciométrica Karl Fischer Agua por Karl Fisher
12. Punto de inflamación por el Método de cámara cerrada de Pensky-Martens
13. Método de prueba estándar para la determinación de la presión de vapor de gases licuados del petróleo (PVR)
14. Determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre.

2.8 Procedimiento de estandarización para el método de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04

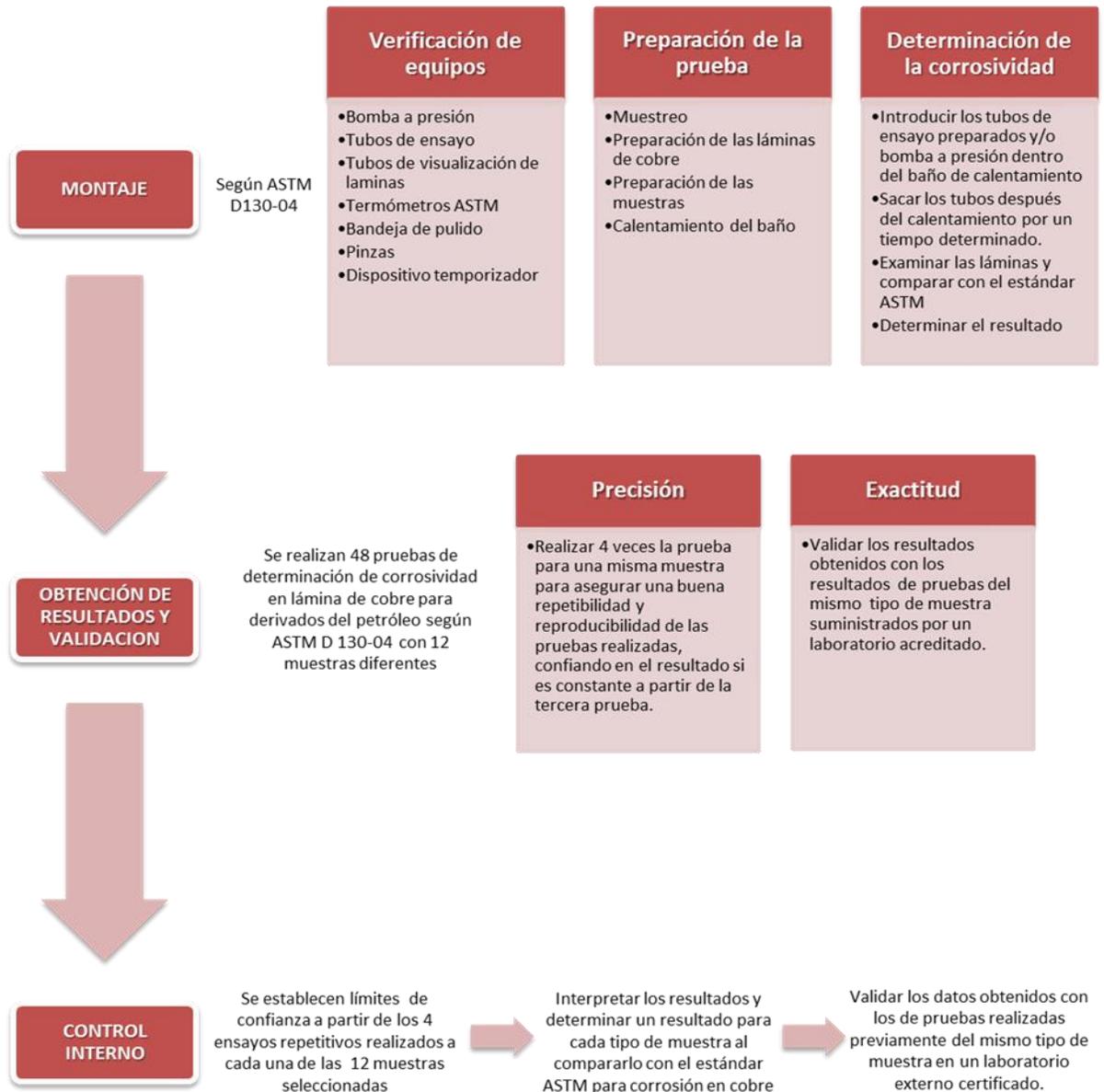


Figura 7. Flujograma de estandarización del método. (*Fuente: Los autores*)

La estandarización del método de prueba para la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre, es un proceso riguroso que permite ajustar el procedimiento a determinadas normas y formas. En éste, el término estandarización se aplica al desarrollo sistemático del método de prueba,

con respecto a su aplicación, especificaciones, materiales, equipos, y con base en normas aprobadas internacionalmente para determinar el nivel de confianza de los resultados de acuerdo con las condiciones que presta el laboratorio de Crudos y derivados de la Universidad Surcolombiana.

Este procedimiento incluye las siguientes etapas:

2.8.1 Montaje: En esta primera etapa se definen los atributos del método a ensayar, que incluye lo siguiente:

Establecer el procedimiento detallado de la prueba para la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04. Se hace de manera detallada en el desarrollo de este trabajo, a manera de resumen dicho procedimiento consiste en:

Verificación de equipos:

- Bomba a presión
- Tubos de ensayo
- Tubos de visualización de laminas
- Termómetros ASTM
- Bandeja de pulido
- Pinzas
- Dispositivo temporizador

Preparación de la prueba:

- Muestreo
- Preparación de las láminas de cobre
- Preparación de las muestras
- Calentamiento del baño

Determinación de la corrosividad

- Introducir los tubos de ensayo preparados y/o bomba a presión dentro del baño de calentamiento
- Sacar los tubos después del calentamiento por un tiempo determinado.
- Examinar las láminas y comparar con el estándar ASTM

- Determinar el resultado

2.8.2 Obtención de resultados y validación

Después de realizar la revisión y comprensión del método de prueba para la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04, definiendo el procedimiento detallado y verificando equipos y elementos del laboratorio, se procede a desarrollar la validación, la cual es un proceso netamente experimental, efectuada mediante el estudio de laboratorio, que permite evaluar o determinar la conveniencia o capacidad del esquema de dicho método, cuyas características de diseño cumplen con los requerimientos metodológicos y de resultados para la aplicación propuesta.

Por lo tanto, se realizan 48 pruebas experimentales de determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04 con 12 tipos de muestras diferentes. Un segundo grupo de 5 muestras seleccionadas al azar de las 12 muestras originales, se evalúa bajo las mismas condiciones en un laboratorio externo certificado, con el fin de confirmar los resultados obtenidos previamente.

Después de obtener los 12 resultados de corrosividad de las muestras seleccionadas, se procede a realizar el cálculo de atributos que incluyen la determinación de la precisión y exactitud del método de la siguiente manera:

2.8.2.1 Precisión: Determina el grado de variabilidad de resultados en la prueba, mediante la repetibilidad de la misma, se procede haciendo 4 repeticiones de la prueba realizada para tener en total 48 resultados obtenidos a través de la observación y detalle por parte de los ejecutantes de la prueba, comparando las láminas con la placa estándar ASTM **(2.1.9)**, siguiendo el procedimiento de observación según la norma ASTM D130-04. De esta manera se obtiene un buen nivel de confianza confirmando los resultados obtenidos previamente.

2.8.2.2 Exactitud: Determina el grado de proximidad entre la medida obtenida a partir de la realización de la prueba en el laboratorio para la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre, y el valor verdadero o esperado.

Esta exactitud será evaluada con resultado de pruebas de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre, previamente solicitadas a un laboratorio certificado; estas son del mismo tipo y condición de las muestras analizadas en el laboratorio de crudos y derivados de la Universidad Surcolombiana.

2.8.3 Control Interno

Después de verificar la exactitud y precisión del método de determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre según la norma ASTM D130-04, con fines de monitorear el método estandarizado se establecen límites de confianza a partir de los 4 ensayos repetitivos realizados con las 12 muestras, con el siguiente procedimiento:

- Organizar los datos
- Validar los datos obtenidos con pruebas realizadas previamente en un laboratorio externo certificado.
- Cuando más de dos observaciones tienen el mismo resultado consecutivo, se puede establecer un resultado confiable.

3. MUESTREO PARA PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO

3.1 Información general

En general el procedimiento para selección y toma de muestras para realizar esta prueba, se lleva a cabo de acuerdo a la norma ASTM D 130-04, la cual se refiere a los procedimientos necesarios para el muestreo, prueba y posterior análisis de corrosividad para productos derivados del petróleo.

3.1 Recipientes de muestreo

Es importante que se recojan todo tipo de muestras de combustible en frascos limpios y oscuros de vidrio, botellas de plástico u otros recipientes adecuados que no afecten las propiedades corrosivas del combustible. Evite el uso de recipientes de placa de estaño para la recogida de muestras, ya que se ha demostrado que pueden contribuir a la corrosividad de la muestra.

3.2 Llenado de recipientes de muestreo

Llene los recipientes y ciérrelos inmediatamente después de tomar la muestra. Deje un espacio de la cabeza del recipiente al nivel del líquido para proporcionar espacio para una posible expansión térmica durante el transporte. Se recomienda que las muestras volátiles se llenen entre 70 y 80% de la capacidad del recipiente. Realice la prueba tan pronto como sea posible después de la recepción en el laboratorio, e inmediatamente después de abrir el recipiente.

3.3 Contaminación de la muestra

Si se observa agua suspendida en la muestra, se debe secar mediante el filtrado de un volumen suficiente de muestra a través de un filtro cualitativo rápidamente, en un tubo de ensayo limpio y seco. Llevar a cabo esta operación en un cuarto oscuro o en un recinto protegido de la luz.

3.4 Contaminación de las láminas

El contacto de la lámina de cobre con agua antes, durante o después de la finalización de la prueba, causará corrosión, por lo que será difícil evaluar las láminas.

4. VALIDACIÓN DEL MÉTODO

4.1 Requisitos técnicos

Diversos factores determinan la exactitud y confiabilidad de la prueba. Estos factores incluyen elementos provenientes de:

- Factores Humanos
- Instalaciones y condiciones ambientales
- Equipos
- Muestreo
- Trazabilidad de las observaciones
- Manipulación de los ítems de ensayo
- **Validación de resultados**

Las especificaciones para dichos factores son determinadas como se ha mencionado en este trabajo.

4.2 Validación de resultados

Para asegurar la confiabilidad de la prueba, se presentan los siguientes resultados a partir de 48 pruebas realizadas en el laboratorio de Crudos y derivados de la Universidad Surcolombiana, realizando 4 veces la misma prueba para cada muestra seleccionada, teniendo confianza del resultado al mostrarse confiable después de repetirse más de dos veces, los cuales fueron reportados según la norma ASTM D130-04 y comparados con los resultados de pruebas hechas en el laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Nacional de Medellín (**Anexo F**), el cual ya cuenta con la prueba estandarizada para la Determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre, según la norma ASTM D130-04.

4.2.1 Muestras seleccionadas

Los resultados presentados a continuación son de muestras seleccionadas a partir del criterio de productos derivados de uso común en la industria,

estas fueron manipuladas según el procedimiento de la norma ASTM D130-04. Las muestras seleccionadas son las siguientes:

- Gasolina automotriz – Corriente
- Aceite combustible para motor – Diesel
- Gasolina automotriz – Extra
- Limpiador varsol
- Xileno
- Aceite Lubricante para motor 4 Tiempos – SAE 20W50
- Aceite Lubricante para motor 2 Tiempos - SAE 90
- Aceite para motor Diésel – SAE 15W40
- Lubricante hidráulico – ISO 68
- Lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90
- Aceite lubricante para motor monogrado SAE 50
- Aceite lubricante Multigrado SAE 25W60

4.2.2 Pruebas de presión de vapor

Según la norma ATSM D130-04, la prueba de corrosividad para productos derivados del petróleo es únicamente aplicable a productos derivados que no tengan una presión de vapor superior a 124 kPa (18 psi) a 37.8 °C (100 °F); por lo tanto, es necesario realizar la prueba de presión de vapor por el método Reid según la norma ASTM D323-06 (**ANEXO C**) para las muestras que puedan presentar presencia de volátiles. Se omiten las muestras que evidentemente no muestran una alta o moderada presencia de volátiles, que para este caso en particular, corresponden a los 7 aceites lubricantes seleccionados para la prueba de corrosión al cobre.

Las muestras seleccionadas para la prueba de presión de vapor Reid son las siguientes:

- Gasolina automotriz – Corriente
- Aceite combustible para motor – Diesel
- Gasolina automotriz – Extra
- Limpiador varsol
- Xileno

4.2.2.1 Tablas de resultados de pruebas de presión de vapor por el método Reid del 2 de septiembre de 2014

GASOLINA CORRIENTE	
Lectura	P. Leída (kPa)
1	49
2	51
3	51
PV Final	51

Tabla 3. Resultados 2 de septiembre de 2014, Prueba PVR Gasolina Corriente (Fuente: Los Autores)

DIESEL	
Lectura	P. Leída (kPa)
1	0.4
2	0.5
3	0.5
PV Final	0.5

Tabla 4. Resultados 2 de septiembre de 2014, Prueba PVR Diesel (Fuente: Los Autores)

GASOLINA EXTRA	
Lectura	P. Leída (kPa)
1	50
2	52
3	52
PV Final	52

Tabla 5. Resultados 2 de septiembre de 2014, Prueba PVR Gasolina Extra (Fuente: Los Autores)

VAR SOL	
Lectura	P. Leída (kPa)
1	5
2	6
3	6
PV Final	6

Tabla 6. Resultados 2 de septiembre de 2014, Prueba PVR Varsol (Fuente: Los Autores)

XILENO	
Lectura	P. Leída (kPa)
1	10
2	13
3	13
PV Final	13

Tabla 7. Resultados 2 de septiembre de 2014, Prueba PVR Xileno (**Fuente:** Los Autores)

Los resultados obtenidos de la presión de vapor de las muestras, por el método Reid a 37.8 °C (100 °F), no superan la presión máxima de 124 kPa (18 psi) a 37.8 °C (100 °F) determinada por la norma, por consiguiente, las muestras seleccionadas entran dentro del rango permitido para la prueba de determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre.

4.2.3 Resultados de análisis

A continuación se reportan los resultados para cada uno de los análisis realizados a cada muestra, según lo indica la norma ASTM D130-04 y la descripción realizada en la **Tabla 2**. Los resultados presentados, fueron validados con pruebas realizadas en el laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín (**Anexo F**). Se reportan resultados de la siguiente manera:

Tira de Corrosión de Cobre ($Xh / Y^{\circ}C$), Clasificación Z,p

Dónde:

X = duración de la prueba, en horas,

Y = temperatura de la prueba, °C,

Z = categoría de clasificación (es decir, 1, 2, 3, o 4)

p = clasificación de la descripción para la Z correspondiente (por ejemplo, a, b).

4.2.3.1 Tabla de resultados de análisis Gasolina automotriz – Corriente

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	08/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
2	08/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
3	08/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
4	08/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a

Tabla 8. Resultados de análisis – Gasolina automotriz. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.2 Tabla de resultados de análisis Diesel

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	09/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
2	09/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
3	09/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
4	09/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 9. Resultados de análisis – Diesel. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.3 Tabla de resultados de análisis Gasolina automotriz – Extra

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	10/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
2	10/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
3	10/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
4	10/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a

Tabla 10. Resultados de análisis – Gasolina Automotriz extra. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.4 Tabla de resultados de análisis limpiador Varsol

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	11/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
2	11/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
3	11/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
4	11/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 11. Resultados de análisis – Varsol. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.5 Tabla de resultados de análisis Xileno

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	12/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a
2	12/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
3	12/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
4	12/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 12. Resultados de análisis – Xileno. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.6 Tabla de resultados de análisis Aceite lubricante SAE 20W50

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	15/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
2	15/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
3	15/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
4	15/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 13. Resultados de análisis – Aceite lubricante SAE 20W50. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.7 Tabla de resultados de análisis Aceite lubricante SAE 90

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	16/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a
2	16/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,b
3	16/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a
4	16/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a

Tabla 14. Resultados de análisis – Aceite lubricante SAE 90. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.8 Tabla de resultados de análisis Aceite lubricante SAE 15W40

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	17/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
2	17/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
3	17/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
4	17/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 15. Resultados de análisis – Aceite lubricante SAE 15W40. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.9 Tabla de resultados de análisis Lubricante hidráulico ISO 68

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	18/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
2	18/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
3	18/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
4	18/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a

Tabla 16. Resultados de análisis – Lubricante hidráulico ISO 68. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.10 Tabla de resultados de análisis Lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	19/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a
2	19/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,b
3	19/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a
4	19/09/2014	3h/100 °C Clasificación 2,a

Tabla 17. Resultados de análisis – Lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.11 Tabla de resultados de análisis Aceite lubricante Monogrado SAE 50

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	22/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
2	22/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
3	22/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b
4	22/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,b

Tabla 18. Resultados de análisis – Aceite lubricante Monogrado SAE 50. (**Fuente:** Los Autores)

4.2.3.12 Tabla de resultados de análisis Aceite lubricante Multigrado SAE 20W60

No. de Prueba	Fecha del análisis	Resultado
1	23/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
2	23/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
3	23/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a
4	23/09/2014	3h/100 °C Clasificación 1,a

Tabla 19. Resultados de análisis – Aceite lubricante Multigrado SAE 20W60.
(Fuente: Los Autores)

Los resultados reportados en las tablas que están resaltados en color rojo, corresponden a variaciones en los resultados de la prueba que no concuerdan con el patrón general de corrosión arrojado por cada sustancia en la mayoría de las pruebas realizadas. De 48 pruebas realizadas a 12 sustancias diferentes, solamente 4 resultados difieren del resto; éstos pueden ser atribuidos a errores humanos en la preparación de las láminas de cobre para la prueba, su contaminación durante el manejo, o la comparación visual de las láminas con la placa de estándares de corrosión de la norma ASTM D 130, puesto que los equipos utilizados en las pruebas son nuevos y cuentan con sus respectivos certificados, así mismo, las sustancias seleccionadas son nuevas y sus contenedores también, y las condiciones ambientales de trabajo fueron óptimas según los requerimientos de la norma.

A continuación, se presenta la **Tabla 20** que contiene el resumen de los resultados definitivos obtenidos por muestra:

Tabla 20. Resumen de resultados definitivos obtenidos de la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre. (**Fuente:** Los Autores)

MUESTRA	RESULTADO
Gasolina automotriz – Corriente	3h/100 °C Clasificación 1,a
Aceite combustible para motor – Diésel	3h/100 °C Clasificación 1,a
Gasolina automotriz – Extra	3h/100 °C Clasificación 1,a
Limpiador Varsol	3h/100 °C Clasificación 1,b
Xileno	3h/100 °C Clasificación 1,b
Aceite Lubricante para motor 4 Tiempos – SAE 20W50	3h/100 °C Clasificación 1,b
Aceite Lubricante para motor 2 Tiempos - SAE 90	3h/100 °C Clasificación 2,a
Aceite para motor Diésel – SAE 15W40	3h/100 °C Clasificación 1,b
Lubricante hidráulico – ISO 68	3h/100 °C Clasificación 1,a
Lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90	3h/100 °C Clasificación 2,a
Aceite lubricante para motor Monogrado SAE 50	3h/100 °C Clasificación 1,b
Aceite lubricante Multigrado SAE 25W60	3h/100 °C Clasificación 1,a

Es de anotar que los resultados son cualitativos y de inspección visual, según el *numeral 13* de la norma ASTM D130-04, actualmente no hay ningún método aprobado para calcular la desviación o precisión de estos análisis. Para efectos de estandarización del método se realizó la **Tabla 21** donde se comparan los resultados obtenidos de las pruebas realizadas en los laboratorios de la Universidad Nacional sede Medellín; y los obtenidos en el laboratorio de Crudos y Derivados de la Universidad Surcolombiana.

Tabla 21. Comparación de resultados obtenidos de la determinación de corrosividad para productos derivados del petróleo en lámina de cobre. (**Fuente:** Los Autores, recopilado del anexo F.)

MUESTRA	RESULTADO UNAL	RESULTADO USCO
Aceite combustible para motor – Diesel	3h/100 °C Clasificación 1,a	3h/100 °C Clasificación 1,a
Gasolina automotriz – Corriente	3h/100 °C Clasificación 1,a	3h/100 °C Clasificación 1,a
Limpiador Varsol	3h/100 °C Clasificación 1,b	3h/100 °C Clasificación 1,b
Lubricante para transmisiones manuales SAE 80W90	3h/100 °C Clasificación 2,a	3h/100 °C Clasificación 2,a
Lubricante para motor 4 tiempos SAE 20W50	3h/100 °C Clasificación 1,b	3h/100 °C Clasificación 1,b

Con base en estos resultados de las muestras corridas en ambos laboratorios se puede establecer una correspondencia del **100%**, lo que ratifica la validez de los mismos y el correcto desarrollo del procedimiento.

De manera experimental, y siguiendo lo descrito en la norma ASTM D130-04, se desarrolló adecuadamente el procedimiento para determinar la corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre; los presentes resultados para fines de validación y comparación son útiles teniendo en cuenta que esta prueba se realizó con productos nuevos y los resultados obtenidos en ambos laboratorios coinciden perfectamente, lo que proporciona un nivel de confianza suficiente para validar los demás resultados obtenidos por el laboratorio de la Universidad Surcolombiana que no tienen soporte en un laboratorio externo.

Los fines comerciales de este método se basan en prevenir el daño por corrosión en el ambiente que se va a mover el producto detectando previamente una posible corrosión generada por éste, a una condición de trabajo determinada; por esta razón, es una prueba muy útil para cualquier sector industrial, lo que le asegura un mercado bastante amplio a los laboratorios que ofrecen el servicio.

CONCLUSIONES

- Se realizó el montaje y validación correspondiente de la prueba para la determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre, según la norma ASTM D130-04, utilizando el equipo existente en la Universidad Surcolombiana con muestras usadas comercialmente.
- Se ejecutaron 48 corridas de la prueba para la determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre, según la norma ASTM D130-04 usando muestras comerciales de combustibles, lubricantes y solventes, obteniendo resultados de bajos niveles de corrosión según la clasificación correspondiente.
- A partir del trabajo hecho y la experiencia obtenida se realizaron las guías de laboratorio y documentos de soporte según los lineamientos dados por el sistema de gestión de calidad del laboratorio de crudos y derivados.
- Se dejó el equipo de determinación de corrosividad de productos derivados del petróleo en lámina de cobre, según la norma ASTM D130-04 montado, probado, documentado y en total funcionamiento, lo cual facilita ofrecer el servicio a la industria automotriz, química, petrolera, entre otras.
- La determinación de esta prueba resulta de gran provecho académico para el programa, ya que actualmente no se contaba con una práctica en el laboratorio de crudos y derivados para estimación de corrosión, siendo esta un área a fortalecer dentro del programa, por su importancia en el sector de hidrocarburos.
- La presencia de azufre en la gran mayoría de los productos derivados del petróleo que repercute en la corrosividad de los mismos, hace de la prueba de corrosión en lámina de cobre un instrumento muy necesario para la industria en general, y evidencia su alto potencial comercial.

RECOMENDACIONES

- Realizar un mantenimiento preventivo al equipo cada 6 meses por empresas certificadas, para evitar el deterioro del baño, el termómetro y el agitador; de estos equipos depende la veracidad de los resultados de la prueba.
- Realizar el procedimiento de purga y limpieza de los recipientes a usar, garantizando que la muestra no se vaya a contaminar y no haya alteración de los resultados.
- Utilizar las señalizaciones establecidas internacionalmente y rotulación de los fluidos (HMIS), para el proceso posterior de certificación de las pruebas que pueda ofertar el laboratorio.
- Adquirir un soporte ideal para el tamaño de los tubos de ensayo utilizados en la prueba.
- Guardar las láminas de cobre en un sitio libre de humedad para prevenir la corrosión de las mismas.
- Mantener el proceso de validación de la técnica con el fin de recolectar información para la posterior certificación del método.

BIBLIOGRAFÍA

- ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test.
- ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method).
- ASTM E1 – 03: Standard Specification for ASTM Thermometers.
- ASTM, Standards Petroleum Products and Lubricants (ASTM D 1267 – 02).
- Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y Calibración (5. Métodos de ensayo y Calibración y Validación de los Métodos).
- Norma Técnica Colombiana NTC 2515, Petróleo y sus derivados. gases licuados del petróleo, Método de ensayo para determinar la corrosión a la lámina de cobre.
- Pérez Galera José Antonio. "Clasificación de los Aceites Lubricantes. Clasificación SAE". Educarm, España, Octubre 08,2008.
- Henríquez Toledo Raúl. "La Corrosión en el Cobre y sus Aleaciones". Universidad de Antofagasta, Chile, Agosto 24, 2006.
- www.ecopetrol.com.co/especiales/Catalogo_de_Productos/index.html. Catálogo de productos y características. Ecopetrol, 2014.

**ANEXO A: NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for
Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test**



Designation: D 130 – 04

An American National Standard
Federation of Societies for
Paint Technology Standard No. Dt-28-85
British Standard 4351



Designation: 154/93

Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test¹

This standard is issued under the fixed designation D 130; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the corrosiveness to copper of aviation gasoline, aviation turbine fuel, automotive gasoline, cleaners (Stoddard) solvent, kerosine, diesel fuel, distillate fuel oil, lubricating oil, and natural gasoline or other hydrocarbons having a vapor pressure no greater than 124 kPa (18 psi) at 37.8°C. (**Warning**—Some products, particularly natural gasoline, may have a much higher vapor pressure than would normally be characteristic of automotive or aviation gasolines. For this reason, exercise extreme caution to ensure that the pressure vessel used in this test method and containing natural gasoline or other products of high vapor pressure is not placed in the 100°C (212°F) bath. Samples having vapor pressures in excess of 124 kPa (18 psi) may develop sufficient pressures at 100°C to rupture the pressure vessel. For any sample having a vapor pressure above 124 kPa (18 psi), use Test Method D 1838.)

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory requirements prior to use.* For specific warning statements, see 1.1, 6.1, and Annex A2.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.05 on Properties of Fuels, Petroleum Coke and Carbon Material.

Current edition approved May 1, 2004. Published June 2004. Originally approved in 1922, replacing former D 89. Last previous edition approved in 2000 as D 130-94 (2000)¹.

In the IP, this test method is under the jurisdiction of the Standardization Committee. It is issued under the fixed designation IP 154. The final number indicates the year of last revision.

This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the cooperating societies in accordance with established procedures.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

D 396 Specification for Fuel Oils

D 975 Specification for Diesel Fuel Oils

D 1655 Specification for Aviation Turbine Fuels

D 1838 Test Method for Copper Strip Corrosion by Liquefied Petroleum (LP) Gases

D 4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D 4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

E 1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

2.2 *ASTM Adjuncts:*

ASTM Copper Strip Corrosion Standard³

3. Summary of Test Method

3.1 A polished copper strip is immersed in a specific volume of the sample being tested and heated under conditions of temperature and time that are specific to the class of material being tested. At the end of the heating period, the copper strip is removed, washed and the color and tarnish level assessed against the ASTM Copper Strip Corrosion Standard.

4. Significance and Use

4.1 Crude petroleum contains sulfur compounds, most of which are removed during refining. However, of the sulfur compounds remaining in the petroleum product, some can have a corroding action on various metals and this corrosivity is not

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from ASTM International Headquarters. Order Adjunct No. ADJD0130. Names of suppliers in the United Kingdom can be obtained from Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, W1G 7AR, U.K. Two master standards are held by the IP for reference.

necessarily related directly to the total sulfur content. The effect can vary according to the chemical types of sulfur compounds present. The copper strip corrosion test is designed to assess the relative degree of corrosivity of a petroleum product.

5. Apparatus

5.1 *Copper Strip Corrosion Pressure Vessel*, constructed from stainless steel according to the dimensions as given in Fig. 1. The vessel shall be capable of withstanding a test pressure of 700 kPa gage (100 psi). Alternative designs for the vessel's cap and synthetic rubber gasket may be used provided that the internal dimensions of the vessel are the same as those shown in Fig. 1. The internal dimensions of the pressure vessel are such that a nominal 25-mm by 150-mm test tube can be placed inside the pressure vessel.

5.2 *Test Tubes*, of borosilicate glass of nominal 25-mm by 150-mm dimensions. The internal dimensions shall be checked as acceptable by use of a copper strip (see 6.3). When 30 mL of liquid is added to the test tube with the copper strip in it, a minimum of 5-mm of liquid shall be above the top surface of the strip.

5.3 *Test Baths:*

5.3.1 *General*—All test baths shall be able to maintain the test temperature to within $\pm 1^\circ\text{C}$ (2°F) of the required test temperature.

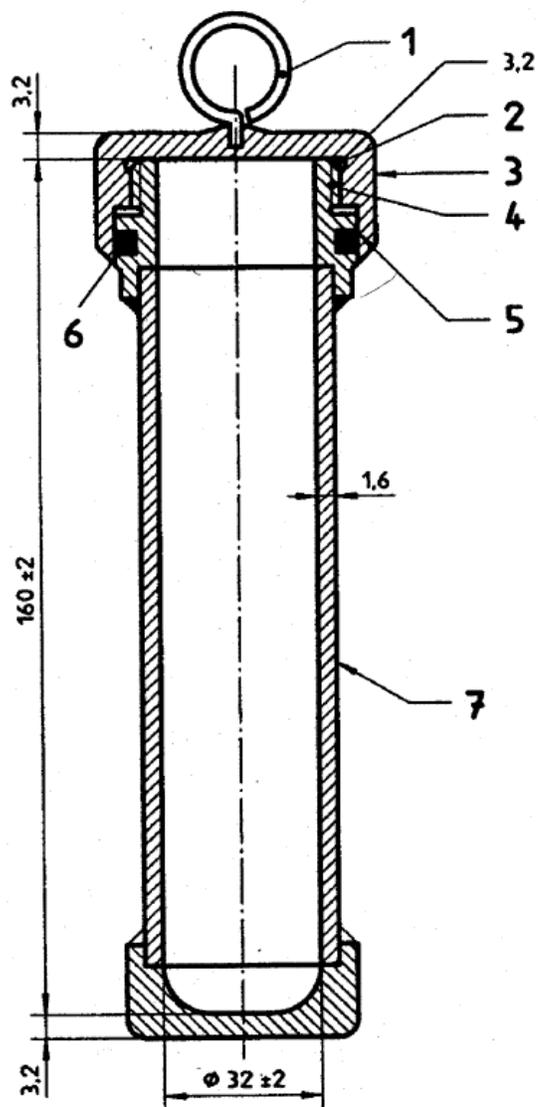
5.3.2 *Liquid Bath Used for Submerging Pressure Vessel(s)*—The bath shall be deep enough to submerge one or more pressure vessels (see 5.1) completely during the test. As the bath medium, use water or any liquid that can be satisfactorily controlled to the sample test temperature. The bath shall be fitted with suitable supports to hold each pressure vessel in a vertical position when submerged.

5.3.3 *Bath(s) Used for Test Tubes*—Liquid baths shall be fitted with suitable supports to hold each test tube (see 5.2) in a vertical position to a depth of about 100-mm (4-in.) as measured from the bottom of the test tube to the bath surface. As a liquid bath medium, water and oil have been found satisfactory and controllable at the specified test temperature. Solid block baths shall meet the same temperature control and immersion conditions and shall be checked for temperature measurement (heat transfer) for each product class by running tests on tubes filled with 30 mL of product plus a metal strip of the nominal dimensions given, plus a temperature sensor.

5.4 *Temperature Sensing Device (TSD)*, capable of monitoring the desired test temperature in the bath to within an accuracy of $\pm 1^\circ\text{C}$ or better. The ASTM 12C (12F) (see Specification E 1) or IP 64C (64F) total immersion thermometers have been found suitable to use in the test. If used, no more than 10-mm (0.4-in.) of the mercury should extend above the surface of the bath at the test temperature.

5.5 *Polishing Vise*, for holding the copper strip firmly without marring the edges while polishing. Any convenient type of holder (see Appendix X1) may be used provided that the strip is held tightly and that the surface of the strip being polished is supported above the surface of the holder.

5.6 *Viewing Test Tubes*, flat glass test tubes, are convenient for protecting corroded copper strips for close inspection or storage (see Appendix X1 for the description of a flat-glass



- Key:
 1 Lifting eye
 2 Wide groove for pressure relief
 3 Knurled cap
 4 Twelve threads per inch NF thread or equivalent
 5 Camber inside cap to protect "O" ring when closing pressure vessel
 6 Synthetic rubber "O" ring without free sulfur
 7 Seamless tube

Material: stainless steel
 Welded construction
 Maximum test gage pressure: 700 kPa

NOTE 1—Dimensions in millimetres.
 NOTE 2—All dimensions without tolerance limits are nominal values.

FIG. 1 Pressure Vessel for Copper Strip Corrosion Test

viewing tube). The viewing test tube shall be of such dimensions as to allow the introduction of a copper strip (see 6.3) and made of glass free of striae or similar defects.

5.7 *Forceps*, with either stainless steel or polytetrafluoroethylene (PTFE) tips, for use in handling the copper strips, have been found suitable to use.

5.8 *Timing Device*, electronic or manual, capable of accurately measuring the test duration within the allowable tolerance.

6. Reagents and Materials

6.1 *Wash Solvent*—Any volatile, less than 5 mg/kg sulfur hydrocarbon solvent may be used provided that it shows no tarnish at all when tested for 3 h at 50°C (122°F). 2,2,4-trimethylpentane (isooctane) of minimum 99.75 % purity is the referee solvent and should be used in case of dispute. (Warning—extremely flammable, see A2.1.)

6.2 *Surface Preparation/Polishing Materials*, 00 grade or finer steel wool or silicon carbide grit paper or cloth of varying degrees of fineness including 65- μm (240-grit) grade; also a supply of 105- μm (150-mesh) size silicon carbide grain or powder and absorbent cotton (cotton wool). A commercial grade is suitable, but pharmaceutical grade is most commonly available and is acceptable.

6.3 *Copper Strips Specification*—Use strips approximately 12.5-mm ($\frac{1}{2}$ -in.) wide, 1.5 to 3.0-mm ($\frac{1}{16}$ to $\frac{1}{8}$ -in.) thick, cut approximately 75-mm (3-in.) long from smooth-surfaced, hard-temper, cold-finished copper of 99.9 + % purity; electrical bus bar stock is generally suitable (see Annex A1). The strips may be used repeatedly but should be discarded when the strip's surface shows pitting or deep scratches that cannot be removed by the specified polishing procedure, or when the surface becomes deformed.

6.4 *Ashless Filter Paper or Disposable Gloves*, for use in protecting the copper strip from coming in contact with the individual during final polishing.

7. ASTM Copper Strip Corrosion Standards³

7.1 These consist of reproductions in color of typical test strips representing increasing degrees of tarnish and corrosion, the reproductions being encased for protection in plastic and made up in the form of a plaque.

7.1.1 Keep the plastic-encased ASTM Copper Strip Corrosion Standards protected from light to avoid the possibility of fading. Inspect for fading by comparing two different plaques, one of which has been carefully protected from light (for example, new plaque). Observe both sets in diffused daylight (or equivalent) first from a point directly above and then from an angle of 45°. If any evidence of fading is observed, particularly at the left-hand end of the plaque, it is suggested that the one that is the more faded with respect to the other be discarded.

7.1.1.1 Alternatively, place a suitably sized opaque strip (for example, 20-mm ($\frac{3}{4}$ -in.) black electrical tape) across the top of the colored portion of the plaque when initially purchased. At intervals remove the opaque strip and observe. When there is any evidence of fading of the exposed portion, the standards shall be replaced.

7.1.1.2 These plaques are full-color reproductions of typical strips. They have been printed on aluminum sheets by a 4-color process and are encased in plastic for protection. Directions for their use are given on the reverse side of each plaque.

7.1.2 If the surface of the plastic cover shows excessive scratching, it is suggested that the plaque be replaced.

8. Samples

8.1 In accordance with D 4057 or D 4177, or both, it is particularly important that all types of fuel samples, that pass a low-tarnish strip classification, be collected in clean, dark glass bottles, plastic bottles, or other suitable containers that will not affect the corrosive properties of the fuel. Avoid the use of tin plate containers for collection of samples, since experience has shown that they may contribute to the corrosiveness of the sample.

8.2 Fill the containers as completely as possible and close them immediately after taking the sample. Adequate headspace in the container is necessary to provide room for possible thermal expansion during transport. It is recommended that volatile samples be filled between 70 and 80 % of the container's capacity. Take care during sampling to protect the samples from exposure to direct sunlight or even diffused daylight. Carry out the test as soon as possible after receipt in the laboratory and immediately after opening the container.

8.3 If suspended water (that is, haze) is observed in the sample, dry by filtering a sufficient volume of sample through a medium rapid qualitative filter, into the prescribed clean, dry test tube. Carry out this operation in a darkened room or under a light-protected shield.

8.3.1 Contact of the copper strip with water before, during or after completion of the test run will cause staining, making it difficult to evaluate the strips.

9. Preparation of Test Strips

9.1 *Surface Preparation*—Remove all surface blemishes from all six sides of the strip obtained from a previous analysis (see Note 1). One way to accomplish this is to use 00 grade or finer steel wool or silicon carbide paper or cloth of such degrees of fineness as are needed to accomplish the desired results efficiently. Finish with 65- μm (240-grit) silicon carbide paper or cloth, removing all marks that may have been made by other grades of paper used previously. Ensure the prepared copper strip is protected from oxidation prior to final preparation, such as by immersing the strip in wash solvent from which it can be withdrawn immediately for final preparation (polishing) or in which it can be stored for future use.

NOTE 1—Only final preparation (9.2) is necessary for commercially purchased pre-polished strips.

9.1.1 As a practical manual procedure for surface preparation, place a sheet of silicon carbide paper or cloth on a flat surface and moisten it with kerosine or wash solvent. Rub the strip against the silicon carbide paper or cloth with a circular motion, protecting the strip from contact with the fingers by using ashless filter paper or wearing disposable gloves. Alternatively, the surface of the strip can be prepared by use of motor-driven machines using appropriate grades of dry paper or cloth.

9.2 *Final Preparation*—For strips prepared in 9.1 or new strips being used for the first time, remove a strip from its protected location, such as by removing it from the wash solvent. To prevent possible surface contamination during final preparation, do not allow fingers to come in direct contact with the copper strips, such as by wearing disposable gloves or holding the strips in the fingers protected with ashless filter paper. Polish first the ends and then the sides with the 105- μm (150-mesh) silicon carbide grains picked up with a pad of cotton (cotton wool) moistened with wash solvent. Wipe vigorously with fresh pads of cotton (cotton wool) and subsequently handle without touching the surface of the strip with the fingers. Forceps have been found suitable to use. Clamp in a vise and polish the main surfaces with silicon-carbide grains on absorbent cotton. Do not polish in a circular motion. Rub in the direction of the long axis of the strip, carrying the stroke beyond the end of the strip before reversing the direction. Clean all metal dust from the strip by rubbing vigorously with clean pads of absorbent cotton until a fresh pad remains unsoiled. When the strip is clean, immediately immerse it in the prepared sample.

9.2.1 It is important to polish the whole surface of the strip uniformly to obtain a uniformly stained strip. If the edges show wear (surface elliptical), they will likely show more corrosion than the center. The use of a vise (see Appendix X1) will facilitate uniform polishing.

9.2.2 It is important to follow the order of preparation with the correctly sized silicon carbide material as described in 9.1 and 9.2. The final preparation is with 105- μm silicon carbide powder. This is a larger grain size than the 65- μm paper used in the surface preparation stage. The reason for this use of larger silicon carbide grains in the final preparation is to produce asperities (controlled roughness) on the surface of the copper, which act as sites for the initiation of corrosion reactions.

10. Procedure

10.1 *General*—There are a variety of test conditions, which are broadly specific to given classes of product but, within certain classes, more than one set of test conditions of time or temperature, or both, may apply. In general, aviation gasoline shall be tested in a pressure vessel at 100°C and other high vapor pressure fuels, like natural gasoline, at 40°C. Other liquid products shall be tested in a test tube at 50°C, 100°C or even higher temperatures. The conditions of time and temperature given below are commonly used and are quoted in the ASTM specifications for these products where such specifications exist. They are, however, guides only. Other conditions can also be used when required by specifications or by agreement between parties. The test conditions of time and temperature shall be recorded as part of the result (see 12.1).

10.2 *Pressure Vessel Procedure*—For use with aviation gasoline and higher vapor pressure samples.

10.2.1 *For Aviation Gasoline and Aviation Turbine Fuel*—Place 30 mL of sample, completely clear and free of any suspended or entrained water (see 8.3) into a chemically clean and dry 25-mm by 150-mm test tube. Within 1 min after completing the final preparation (polishing), slide the copper strip into the sample tube. Place the sample tube into the

pressure vessel (Fig. 1) and screw the lid on tightly. If more than one sample is to be analyzed at essentially the same time, it is permissible to prepare each pressure vessel in the batch before completely immersing each pressure vessel in the liquid bath at $100 \pm 1^\circ\text{C}$ ($212 \pm 2^\circ\text{F}$), provided the elapsed time between the first and last samples is kept to a minimum. After $2 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ in the bath, withdraw the pressure vessel and immerse for a few minutes in cool water (tap water). Open the pressure vessel, withdraw the test tube and examine the strip as described in 10.4.

10.2.2 *For Natural Gasoline*—Carry out the test exactly as described in 10.2.1 but at 40°C (104°F) and for $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$.

10.3 *Test Tube Procedure*—For use with most liquid products.

10.3.1 *For Diesel Fuel, Fuel Oil, Automotive Gasoline*—Place 30 mL of sample, completely clear and free of any suspended or entrained water (see 8.3), into a chemically clean, dry 25-mm by 150-mm test tube and, within 1 min after completing the final preparation (polishing), slide the copper strip into the sample tube. If more than one sample is to be analyzed at essentially the same time, it is permissible to prepare each sample in the batch by stoppering each tube with a vented stopper, such as a vented cork before placing each tube in a bath maintained at $50 \pm 1^\circ\text{C}$ ($122 \pm 2^\circ\text{F}$), provided the elapsed time between the first and last sample prepared is kept to a minimum. Protect the contents of the test tube from strong light during the test. After $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ in the bath, examine the strip as described in 10.4. For tests on fuel oil and diesel fuel, to specifications other than Specifications D 396 and D 975, a temperature of 100°C (212°F) for 3 h is often used as an alternative set of conditions. Some automotive gasolines with vapor pressure above 80 kPa at 37.8°C have exhibited evaporation losses in excess of 10 % of their volume. If such evaporation losses are apparent, it is recommended that the Pressure Vessel Procedure (see 10.2) be used.

10.3.2 *For Cleaners (Stoddard) Solvent and Kerosine*—Carry out the test exactly as described in 10.3.1 but at $100 \pm 1^\circ\text{C}$ ($212 \pm 2^\circ\text{F}$).

10.3.3 *For Lubricating Oil*—Carry out the test exactly as described in 10.3.1, but the tests can be carried out for varying times and at elevated temperatures other than 100°C (212°F). For the sake of uniformity, it is suggested that even increments of 5°C , beginning with 150°C , be used.

10.4 Strip Examination:

10.4.1 Empty the contents of the test tube into a suitably sized receiver. If a receiver made out of glass is used, such as a 150-mL tall-form beaker, let the strip slide in gently so as to avoid breaking the glass. Immediately withdraw the strip with forceps and immerse in wash solvent. Withdraw the strip at once, dry and inspect for evidence of tarnishing or corrosion by comparison with the Copper Strip Corrosion Standards. The step of drying the strip may be done by blotting with filter paper, air drying, or by other suitable means. Hold both the test strip and the standard strip plaque in such a manner that light reflected from them at an angle of approximately 45° will be observed.

10.4.2 In handling the test strip during the inspection and comparison, the danger of marking or staining can be avoided

if it is inserted in a flat glass tube (see Appendix X1), which can be stoppered with absorbent cotton.

11. Interpretation of Results

11.1 Interpret the corrosiveness of the sample in accordance with one of the classifications of the ASTM Copper Strip Corrosion Standard as listed in Table 1.

11.1.1 When a strip is in the obvious transition state between that indicated by any two adjacent standard strips, rate the sample at the more tarnished classification. Should a strip appear to have a darker orange color than Standard Strip 1b, consider the observed strip as still belonging in Classification 1; however, if any evidence of red color is observed, the observed strip belongs in Classification 2.

11.1.2 A claret red strip in Classification 2 can be mistaken for a magenta overcast on a brassy strip in Classification 3 if the brassy underlay of the latter is completely masked by a magenta overtone. To distinguish, immerse the strip in wash solvent; the former will appear as a dark orange strip while the latter will not change.

11.1.3 To distinguish multi-colored strips in Classifications 2 and 3, place a test strip in a 25-mm by 150-mm test tube and bring to a temperature of $340 \pm 30^\circ\text{C}$ in 4 to 6 min with the tube lying on a hot plate. Adjust to temperature by observing a high distillation thermometer inserted into a second test tube. If the strip belongs to Classification 2, it will assume the color of a silver and then a gold strip. If in Classification 3, it will take on the appearance of a transparent black, etc., as described in Classification 4a.

11.1.4 Repeat the test if blemishes due to fingerprints are observed, or due to spots from any particles or water droplets that may have touched the test strip during the digestion period.

11.1.5 Repeat the test also if the sharp edges along the flat faces of the strip appear to be in a classification higher than the greater portion of the strip; in this case, it is likely that the edges were burnished during preparation (polishing).

12. Report

12.1 Report the corrosiveness in accordance with one of the classifications listed in Table 1. State the duration of the test and the test temperature in the following format:

Corrosion copper strip ($Xh / Y^\circ\text{C}$), Classification Zp

where:

X = test duration, in hours,

Y = test temperature, $^\circ\text{C}$,

Z = classification category (that is, 1, 2, 3, or 4), and

p = classification description for the corresponding Z (for example, a, b).

13. Precision and Bias

13.1 In the case of pass/fail data, no generally accepted method for determining precision or bias is currently available.

14. Keywords

14.1 automotive gasoline; aviation gasoline; aviation turbine fuel; copper corrosion; copper strip; corrosiveness to copper; natural gasoline

TABLE 1 Copper Strip Classifications

Classification	Designation	Description ^a
Freshly polished strip	...	^b
1	slight tarnish	a. Light orange, almost the same as freshly polished strip b. Dark orange
2	moderate tarnish	a. Claret red b. Lavender c. Multicolored with lavender blue or silver, or both, overlaid on claret red d. Silvery e. Brassy or gold
3	dark tarnish	a. Magenta overcast on brassy strip b. Multicolored with red and green showing (peacock), but no gray
4	corrosion	a. Transparent black, dark gray or brown with peacock green barely showing b. Graphite or lusterless black c. Glossy or jet black

^a The ASTM Copper Strip Corrosion Standard is a colored reproduction of strips characteristic of these descriptions.

^b The freshly polished strip is included in the series only as an indication of the appearance of a properly polished strip before a test run; it is not possible to duplicate this appearance after a test even with a completely noncorrosive sample.

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. COPPER QUALITY

A1.1 Copper Quality

A1.1.1 Hard-temper, cold-finished type-(ETP) electrolytic tough pitch copper.⁴

⁴ Conforming to Copper Development Association (CDA), United States of America No. 110, or to British Standard (BS) EN 1652 or BS 4608, which have proper quality.

A2. WARNING STATEMENTS

A2.1 Isooctane

Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire.

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion-proof electrical apparatus and heaters.

Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated skin contact.

A2.2 Aviation Turbine Fuel (Jet A or A-1, see Specification D 1655)

Keep away from heat, sparks, and open flames.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid breathing vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated contact with skin.

A2.3 Gasoline (Containing Lead)

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion-proof electrical apparatus and heaters.

Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated skin contact.

A2.4 Gasoline (White or Unleaded)

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion-proof electrical apparatus and heaters.

Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated skin contact.

A2.5 Kerosine

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid breathing vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated contact with skin.

A2.6 Stoddard Solvent

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

Avoid prolonged or repeated skin contact.

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

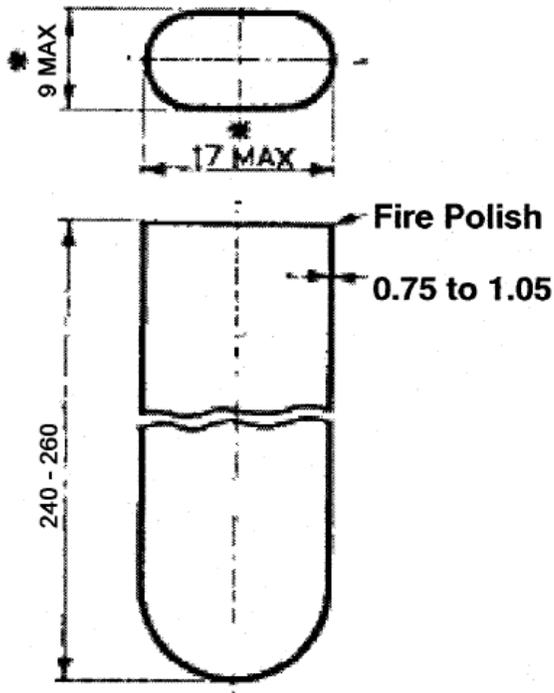
XI. OPTIONAL USEFUL EQUIPMENT

X1.1 Viewing Tube

X1.1.1 A useful flat glass test tube for holding tarnished copper strips for inspection or for storage for later inspection is illustrated and dimensioned in Fig. X1.1.

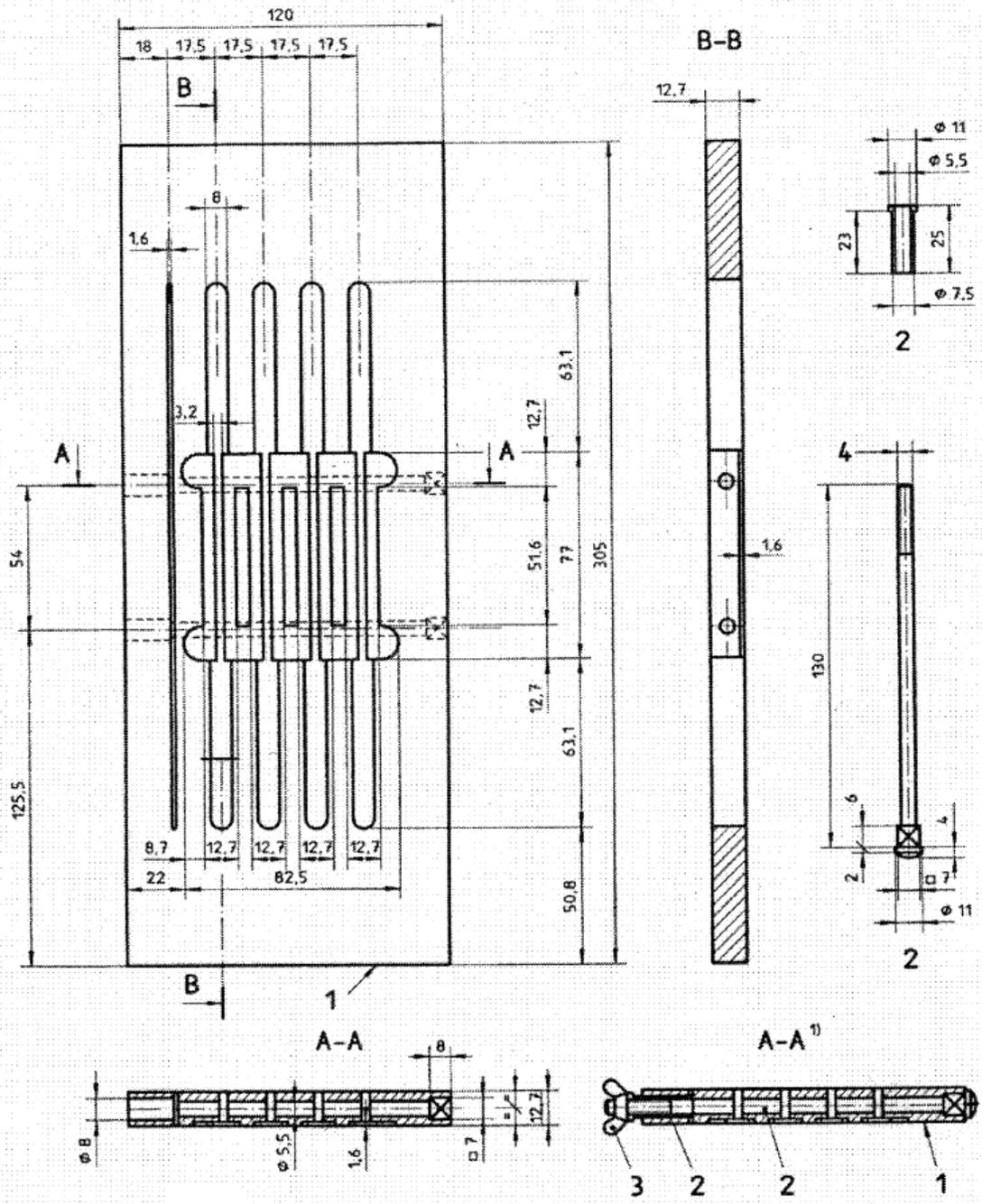
X1.2 Strip Vise

X1.2.1 A useful and convenient vise for holding up to four copper strips during final polishing is illustrated and dimensioned in Fig. X1.2.



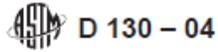
- NOTE 1—Dimensions in millimetres.
- NOTE 2—The dimensions are the minimum dimensions that shall allow the introduction of a copper strip.
- NOTE 3—The tube shall be free of striae or similar defects.

FIG. X1.1 Flat Glass Viewing Test Tube



- Key:
 1 Material: Plastic
 2 Material: Brass
 3 Wing nut
 4 Ø 5-mm metric thread or equivalent

NOTE—Dimensions in millimetres.
 FIG. X1.2 Multistrip Vise



D 130 - 04

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

ANEXO B: Traducción NORMA ASTM D 130 – 04: Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from petroleum products by Copper Strip Test

Método de Prueba Estándar para Corrosividad de cobre a partir de productos derivados del petróleo por la Prueba de lámina de cobre.

Esta norma ha sido publicada bajo la designación fija D 130, el número inmediatamente siguiente a la designación indica el año de adopción original o, en el caso de revisión, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última aprobación. Un épsilon (ϵ) señala un cambio editorial desde la última revisión o aprobación.

1. * **Ámbito de aplicación**

1.1 Este método de prueba cubre la determinación de la corrosividad al cobre de la gasolina de aviación, combustible para turbinas de aviación, gasolina automotriz, solventes limpiadores (Stoddard), queroseno, gasóleo, aceite combustible destilado, lubricantes de petróleo y gasolina natural u otros hidrocarburos con una presión de vapor no mayor que 124 kPa (18 psi) a 37.8 ° C. (**Advertencia** – Algunos productos, especialmente la gasolina natural, puede tener una presión de vapor mucho mayor que normalmente serían característica de gasolinas de automoción o de aviación. Por esta razón, ejercer la precaución extrema para garantizar que el recipiente de presión utilizado en este método de prueba y que contiene gasolina natural u otros productos de alta presión de vapor no se coloquen en el baño de 100 ° C (212 ° F). Las muestras que tienen presiones de vapor superiores a 124 kPa (18 psi) pueden desarrollar presiones suficientes a 100 ° C para romper el vaso de presión. Para cualquier muestra tener una presión de vapor superior a 124 kPa (18 psi), utilizar el Método de Prueba D 1838.)

1.2 Los valores declarados en unidades SI deben ser considerados como estándares. Los valores entre paréntesis son sólo para información.

1.3 *Esta norma no pretende señalar todos los problemas de seguridad, si las hay, asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer la seguridad apropiada y prácticas sanitarias y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.* Para declaraciones específicas de advertencia, véase 1.1, 6.1 y Anexo 6.2.

2. **Documentos de referencia**

2.1 *Normas ASTM*

D 396 Especificación para Aceites de Combustible

D 975 Especificación para Aceites de Combustible Diésel

D 1655 Especificación para combustibles de turbinas de aviación

D 1838 Método de Prueba para la Corrosión de Tira de Cobre por Gases de Petróleo Licuados (LP)

D 4057 Práctica para el Muestreo Manual de Petróleo y Productos Derivados del Petróleo

D 4177 Práctica para el Muestreo Automático de Petróleo y Productos Derivados del Petróleo

E 1 Especificación de Termómetros de Líquido en Vidrio según ASTM

2.2 *Adjuntos ASTM:*

Estándar de Corrosión de Tira de Cobre según ASTM

3. **Resumen del Método de Prueba**

3.1 Se sumerge una tira de cobre pulida en un volumen determinado de la muestra que está siendo probada y se calienta bajo condiciones de temperatura y tiempo que son específicas a la clase de material que está siendo probado. Al final del período de calentamiento, la tira de cobre se retira, se lava y se evalúa el nivel de color y el empañado contra el Estándar de Corrosión de Tira de Cobre de ASTM.

4. **Significado y Uso**

4.1 El petróleo crudo contiene compuestos de azufre, la mayoría de los cuales se eliminan durante la refinación. Sin embargo, de los compuestos de azufre remanentes en el producto de petróleo, algunos pueden tener una acción corrosiva sobre diferentes metales y esta corrosividad no necesariamente está relacionada directamente con el contenido de azufre total. El efecto puede variar según los tipos químicos de compuestos de azufre presentes. La prueba de corrosión en tira de cobre está diseñada para evaluar el grado relativo de la corrosividad de un producto derivado del petróleo.

5. **Aparato**

5.1 *Recipiente a Presión para Corrosión en Tira de Cobre*, construido de acero inoxidable de acuerdo a las dimensiones dadas en la figura 1. El recipiente será capaz de resistir una presión de prueba en el manómetro de 700 kPa (100 psi). Pueden utilizarse diseños alternativos para la tapa del recipiente y el empaque de caucho sintético siempre que las dimensiones internas del recipiente sean las mismas que las que se muestran en la figura 1. Las dimensiones internas del recipiente de presión son tales que un tubo de ensayo de 150 mm por 25 mm nominal puede colocarse dentro del recipiente a presión.

5.2 *Tubos de Ensayo*, de vidrio de borosilicato de dimensiones de 150 mm por 25 mm nominales. Las dimensiones internas deberán comprobarse como aceptables por el uso de una tira de cobre (véase 6.3). Cuando se agrega 30 mL de líquido en el tubo de ensayo con la tira de cobre en ella, un mínimo de 5 mm de líquido debe estar por encima de la superficie superior de la franja.

5.3 *Baños de Prueba:*

5.3.1 *General* — Todos los baños de prueba deberán ser capaces de mantener la temperatura de prueba dentro de $\pm 1^\circ\text{C}$ (2°F) de la temperatura de prueba requerida.

5.3.2 *Baño Líquido utilizado para el Recipiente a Presión para Inmersión* — El baño será lo suficientemente profundo para sumergir uno o más recipientes a presión (véase 5.1) completamente durante la prueba. Como medio de baño, usar agua o cualquier líquido que pueda controlarse satisfactoriamente a la temperatura de prueba de la muestra. El baño deberá estar equipado con soportes adecuados para sostener cada recipiente a presión en una posición vertical cuando sea sumergido.

5.3.3 *Baño(s) usado(s) para los Tubos de Ensayo* — Los baños líquidos deberán estar equipados con soportes adecuados para sostener cada tubo de ensayo (véase 5.2) en posición vertical a una profundidad de 100 mm (4 pulgadas), medida desde la parte inferior del tubo de ensayo a la superficie del baño. Como un medio de baño líquido, se ha encontrado que el agua y el aceite son satisfactorios y controlables en la temperatura de prueba especificada. Los baños de bloque sólidos deberán cumplir las mismas condiciones de inmersión y de control de la temperatura y deberán verificarse para la medición de la temperatura (transferencia de calor) para cada clase de producto mediante la ejecución de pruebas en tubos llenos de 30 mL de producto además de una tira metálica de las dimensiones nominales dadas, además de un sensor de temperatura.

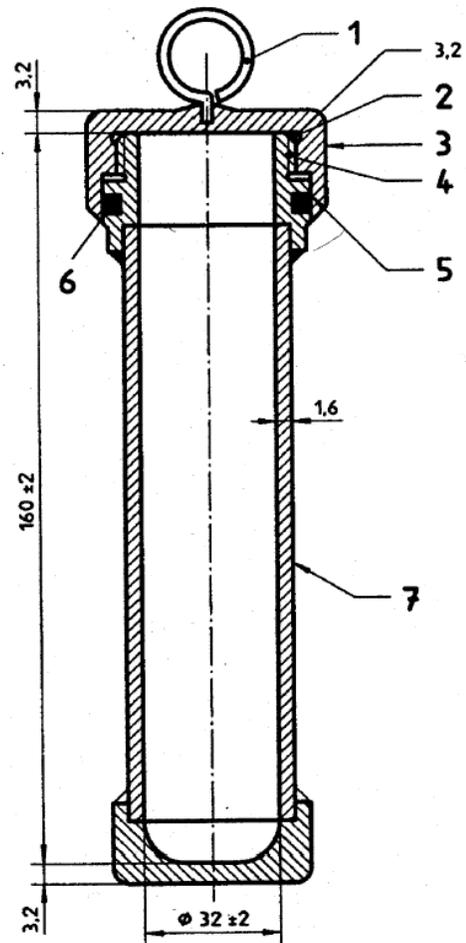
5.4 *Dispositivo de Detección de Temperatura (TSD, por sus siglas en inglés)*, capaz de monitorizar la temperatura de la prueba deseada en el baño dentro de una precisión de $\pm 1^\circ\text{C}$ o mejor. Se ha encontrado que los termómetros 12C (12F) de la ASTM (véase especificación E 1) o los termómetros de inmersión total IP 64 C (64F) son adecuados para utilizar en la prueba. Si se utilizan, no más de 10 mm (0.4 pulgadas) de mercurio deben extenderse por encima de la superficie del baño a la temperatura de la prueba.

5.5 *Tornillo Pulidor*, para sostener la tira de cobre firmemente sin arañar los bordes mientras el pulido. Cualquier tipo conveniente de soporte (véase apéndice X 1) puede utilizarse siempre que la tira se sostenga fuertemente y que la superficie de la tira siendo pulida se mantenga por encima de la superficie del soporte.

5.6 *Tubos de Ensayo para Inspección*, tubos de ensayo de vidrio plano, son convenientes para la protección de tiras de cobre corroídas por estrecha inspección o almacenamiento (véase el apéndice X 1 para la descripción de un tubo de vidrio plano para inspección). El tubo de ensayo para inspección será de tales dimensiones como para permitir la introducción de un cobre tira (véase 6.3) y de vidrio, hecha libre de estrías o de defectos similares.

5.7 *Pinzas*, con puntas de acero inoxidable o de politetrafluoretileno (PTFE), se han encontrado adecuadas para su uso en el manejo de las tiras de cobre.

5.8 *Dispositivo de Cronometraje*, electrónico o manual, capaz de medir con precisión la duración de la prueba dentro de la tolerancia permitida.



Clave:

- 1 Ojo subiente
- 2 Ranura amplia para el alivio de la presión
- 3 Tapón nudoso
- 4 Doce roscas por pulgada de rosca NF o equivalente
- 5 Comba dentro del tapón para proteger el anillo "O" cuando se cierre el recipiente a presión
- 6 Anillo "O" de caucho sintético sin azufre libre
- 7 Tubo sin costura

Material: acero inoxidable

Construcción soldada

Presión del manómetro de prueba máxima: 700 kPa

NOTA 1 – Dimensiones en milímetros.

NOTA 2 – Todas las dimensiones sin límites de tolerancia son valores nominales.

Figura 1. Recipiente a Presión para la Prueba de Corrosión de Tira de Cobre

6. Reactivos y Materiales

6.1 *Solvente de Lavado* — Cualquiera volátil, puede utilizarse menos de 5 mg/kg solvente hidrocarburo azufrado siempre que no muestre deslustre en lo absoluto cuando se someta a la prueba por 3 h a 50 ° C (122 ° F). El 2,2,4-trimetilpentano (isooctano) de pureza mínima de 99.75% es el disolvente árbitro y debe utilizarse en caso de conflicto. (**Advertencia** – Inflamable Extremadamente, ver A2.1.)

6.2 *Preparación de la Superficie/Materiales Pulidores*, fibra metálica de grado 00 o más fina o papel de lija de grano de carburo de silicio o tela de diferentes grados de finura incluyendo grado de 65 µm (240-grit); también un suministro de grano de carburo de silicio de tamaño de 105 µm (malla 150) o polvo y algodón absorbente (algodón hidrófilo). Es adecuado un grado comercial, pero el grado de calidad farmacéutica está más comúnmente disponible y es aceptable.

6.3 *Especificación para las Tiras de Cobre*. Usar tiras de aproximadamente 12.5 mm (½ pulgada) de ancho, de 1.5 a 3.0 mm (1/16 a 1/8 de pulgada) de espesor, cortar aproximadamente 75 mm (3 pulgadas) de largo de la superficie lisa, duro temperamento, acabas en frío de 99.9 + % de pureza; mango de barra de distribución eléctrica es generalmente apropiado (Ver Anexo A1). Las tiras pueden utilizarse repetidamente pero deben descartarse cuando la superficie de la tira muestre picaduras o rasguños profundos que no puedan eliminarse mediante el procedimiento de pulido especificado, o cuando la superficie se deforma.

6.4 *Papel de Filtro Sin Cenizas o Guantes Desechables*, para su uso en la protección de la tira de cobre que entra en contacto con el individuo durante el pulido final.

7. Estándares de Corrosión en lámina de cobre ASTM

7.1 Estas consisten en reproducciones a color de tiras de prueba típicas que representa grados crecientes de deslustre y de corrosión, las reproducciones se recubren para su protección en plástico y se constituyen forma de una placa.

7.1.1 Mantener los Estándares de Corrosión de Tira de Cobre según ASTM recubiertos de plástico protegidos de la luz para evitar la posibilidad de decoloración. Inspeccionar si hay decoloración mediante la comparación de dos placas diferentes, una de las cuales ha sido cuidadosamente protegido de la luz (por ejemplo, la nueva placa). Observar ambos conjuntos, en la luz del día difusa (o luz equivalente) en primer lugar, desde un punto directamente encima y luego desde un ángulo de 45 °. Si se observa cualquier evidencia de decoloración, especialmente en el extremo izquierdo de la placa, se sugiere que se descarte el que sea la más desgastada con respecto a la otra.

7.1.1.1 Alternativamente, colocar una tira opaca de tamaño adecuado (por ejemplo, cinta aislante negra de 20 mm (3/4 de pulgada)) a través de la parte superior de la porción coloreada de la placa cuando se compró inicialmente. Retirar a intervalos la tira opaca y observar.

Cuando hay cualquier evidencia de decoloración de la porción expuesta, deberán sustituirse los estándares.

7.1.1.2 Estas placas son reproducciones a todo color de tiras típicas. Se han impreso en hojas de aluminio por un proceso de 4 colores y están recubiertas de plástico para su protección. Se dan instrucciones para su uso en el reverso de cada placa.

7.1.2 Se sugiere que se sustituya la placa, si la superficie de la tapa de plástico muestra excesivas ralladuras.

8. Muestras

8.1 En conformidad con las normas D 4057 D 4177 o ambas, es particularmente importante que todos los tipos de muestras de combustible, que pasan una clasificación de tiras de bajo deslustre, se recogen en botellas de vidrio oscuro, botellas de plástico, limpio u otros envases adecuados que no afectarán a las propiedades corrosivas del combustible. Evitar el uso de envases de hojalata para la recolección de las muestras, ya que la experiencia ha demostrado que puede contribuir a la corrosividad de la muestra.

8.2 Llenar los recipientes lo más completamente posible y cerrarlos inmediatamente después de la toma de la muestra. Es necesario un espacio vacío adecuado en el recipiente para proporcionar un espacio para una posible expansión térmica durante el transporte. Se recomienda que las muestras volátiles se llenen entre el 70 y el 80% de la capacidad del recipiente. Tener cuidado durante el muestreo para proteger las muestras de la exposición a la luz solar directa o luz solar aún difusa. Llevar a cabo la prueba tan pronto como sea posible después de la recepción en el laboratorio e inmediatamente después de abrir el recipiente.

8.3 Si se observa agua suspendida (es decir, neblina) en la muestra, secar por filtración un volumen suficiente de la muestra a través de un filtro cualitativo rápido medio, en el tubo de ensayo limpio y seco prescrito. Realizar esta operación en una habitación oscura o bajo un escudo protegido de la luz.

8.3.1 El contacto de la tira de cobre con el agua antes, durante o después de la finalización de la ejecución de la prueba provocará tinción, lo que hace difícil de evaluar las tiras.

9. Preparación de las láminas de prueba

9.1 *Preparación de la Superficie* — Eliminar todos los defectos superficiales de todas las seis partes de la tira obtenida de un análisis previo (ver nota 1). Una forma de lograr esto es utilizar fibra metálica de grado 00 o más fina o papel de carburo de silicio o un paño de tales grados de finura como sean necesarios para cumplir eficientemente los resultados deseados. Terminar con un papel de carburo de silicio 65-µm (240 grit) o un paño, eliminando todas las marcas que pueden haber sido hechas por otros grados de papel utilizados anteriormente. Asegurar que la tira de cobre preparada sea protegida de la oxidación antes de la preparación final, tal como mediante la inmersión de la tira en el disolvente de lavado desde el cual se puede retirar

inmediatamente para la preparación final (pulido) o en que se puede almacenar para su uso futuro.

NOTA 1 – Sólo preparación final (9.2) es necesaria para las tiras pre-pulidas comercialmente adquiridas.

9.1.1 Como un procedimiento manual práctico para la preparación de la superficie, colocar una hoja de papel de carburo de silicio o un paño sobre una superficie plana y humedecerla con queroseno o el disolvente de lavado. Frotar la tira contra el papel de carburo de silicio o un paño con un movimiento circular, proteger la tira del contacto con los dedos mediante el uso de papel de filtro sin cenizas o de guantes desechables. Alternativamente, la superficie de la tira puede ser preparada mediante el uso de máquinas accionadas por motor que utilicen los grados adecuados de paño o papel secos.

9.2 *Preparación Final* — Para las tiras preparadas 9.1 o las nuevas tiras que se utilizan por primera vez, retirar una tira de su ubicación protegida, como mediante la eliminación del disolvente de lavado. Para prevenir la posible contaminación de la superficie durante la preparación final, no permitir que los dedos entren en contacto directo con las tiras de cobre, como utilizar guantes desechables o sostener las tiras con los dedos protegidos con papel filtro sin cenizas. Pulir primero las puntas y luego los lados con los granos de carburo de silicio de 105 mm (malla 150) recogidos con una almohadilla de algodón (algodón hidrófilo) humedecido con el solvente de lavado. Limpiar vigorosamente con almohadillas frescas de algodón (algodón hidrófilo) y posteriormente manejar sin tocar la superficie de la tira con los dedos. Se ha encontrado adecuado el uso de pinzas. Afianzar en un tornillo de banco y pulir las superficies principales con granos de carburo de silicio en algodón absorbente. No pulir con un movimiento circular. Frotar en la dirección del eje largo de la tira, llevando el trazo más allá la punta de la tira antes de invertir la dirección. Limpiar todo polvo metálico de la tira frotando vigorosamente con almohadillas limpias de algodón absorbente hasta que una almohadilla fresca permanezca inmaculada. Cuando la tira esté limpia, sumergir inmediatamente en la muestra preparada.

9.2.1 Es importante pulir toda la superficie de la tira uniformemente para obtener una tira uniformemente tensa. Si los bordes muestran un desgaste (superficie elíptica), probablemente mostrará más corrosión que el centro. El uso de un tornillo (Ver el Apéndice X 1) facilitará un pulido uniforme.

10. Procedimiento

10.1 *General* — Hay una variedad de condiciones de prueba, que son ampliamente específicas para las clases dadas del producto, pero que, dentro de ciertas clases, puede aplicar más de un conjunto de condiciones de prueba de tiempo o de temperatura, o ambos. En general, se someterán a prueba a la gasolina de aviación en un recipiente a presión a 100 ° C y otros combustibles de presión de vapor alta, como la gasolina natural, a 40 ° C.

Otros productos líquidos se someterán a prueba en un tubo de ensayo a 50 ° C, 100 ° C o a incluso a temperaturas superiores. Las condiciones de tiempo y temperatura indicadas a continuación son de uso común y se citan en las especificaciones de la ASTM para estos productos donde existen tales especificaciones. Sin embargo, son sólo las guías. También pueden utilizarse otras condiciones cuando sean requeridas por las especificaciones o por acuerdo entre las partes. Las condiciones de la prueba de tiempo y temperatura deberán registrarse como parte del resultado (Ver 12.1).

10.2 *Procedimiento para el Recipiente a Presión* — Para su uso con gasolina de aviación y muestras de presión de vapor más altas.

10.2.1 *Para Gasolina de Aviación y Combustible de Turbina de Aviación* — Introducir 30 mL de muestra, completamente clara y libre de cualquier agua incorporada o suspendida (Ver 8.3) dentro de un tubo de ensayo de 150 mm por 25 mm químicamente limpio y seco. Dentro de 1 minuto después de completar la preparación final (pulido), deslizar la tira de cobre en el tubo de la muestra. Colocar el tubo de la muestra en el recipiente a presión (Fig. 1) y atornillar la tapa firmemente. Si más de una muestra se analiza al mismo tiempo esencialmente, es admisible preparar cada recipiente a presión en el lote antes de sumergir completamente cada recipiente a presión en el baño líquido a 100 ± 1 ° C (212 ± 2 ° F), siempre que el tiempo transcurrido entre las muestras primera y última se mantenga al mínimo. Después de 2 h ± 5 min en el baño, retirar el recipiente a presión y sumergir durante unos minutos en el agua fría (agua de la llave). Abrir el recipiente a presión, retirar el tubo de ensayo y examinar la tira según se describe en el punto 10.4.

10.2.2 *Para Gasolina Natural* — Llevar a cabo la prueba exactamente tal como se describe en el punto 10.2.1 pero a 40 ° C (104 ° F) y por 3 h ± 5 min.

10.3 *Procedimiento del Tubo de Ensayo* — Para su uso con la mayoría de los productos líquidos.

10.3.1 *Para Combustible Diésel, Aceite Combustible y Gasolina Automotriz* — Introducir 30 mL de muestra, completamente clara y libre de cualquier agua retenida o suspendida (Ver 8.3), en un tubo de ensayo de 150 mm por 25 mm químicamente limpio y seco y, dentro de 1 minuto después de completar la preparación final (pulido), deslizar la tira de cobre en el tubo de la muestra. Si se analizará más de una muestra esencialmente al mismo tiempo, es admisible preparar cada muestra en el lote colocando en cada tubo un tapón de ventilación, como un corcho de ventilación antes de colocar cada tubo en un baño mantenido a 50 ± 1 ° C (122 ± 2 ° F), siempre que se mantenga al mínimo el tiempo transcurrido entre la primera y la última muestra preparada. Proteger el contenido de la probeta de la luz fuerte durante la prueba. Examinar la tira según se describe en el punto 10.4, después de 3 h ± 5 min en el baño. Para pruebas en aceite combustible y combustible diésel, para las especificaciones que no sean las Especificaciones D 396 y D 975, una temperatura de 100 ° C (212 ° F) a 3 h se

utiliza a menudo como un conjunto de condiciones alternativo. Algunas gasolinas automotrices con presión de vapor superior a 80 kPa a 37,8 ° C han exhibido pérdidas por evaporación en exceso del 10% de su volumen. Si tales pérdidas de evaporación son evidentes, es recomendable que se utilice el Procedimiento de Recipientes a Presión (Ver 10.2).

10.3.2 *Para Solventes Limpiadores (Stoddard) y Queroseno* — Efectuar la prueba exactamente según se describe en el punto 10.3.1, pero a 100 ± 1 °C (212 ± 2 °F).

10.3.3 *Para Aceite Lubricante* — Efectuar la prueba exactamente según se describe en el punto 10.3.1, pero las pruebas pueden llevarse a cabo para diferentes tiempos y a temperaturas elevadas que no sean de 100 ° C (212 ° F). En aras de la uniformidad, se sugiere que se utilicen incluso incrementos de 5 ° C, a partir de 150 ° C.

10.4 Examinación de la Tira:

10.4.1 Vaciar el contenido del tubo de ensayo en un recipiente de tamaño adecuado. Si se utiliza un recipiente hecho de vidrio, tales como un vaso de precipitados de forma alta de 150 mL, permitir que la tira se deslice dentro suavemente con el fin de evitar romper el vidrio. Inmediatamente retirar la tira con pinzas y sumergir en el solvente de lavado. Retirar la tira inmediatamente, secar y verificar si hay evidencia de deslustre o corrosión mediante la comparación con los estándares de corrosión de las tiras de cobre. La etapa de secado de la tira puede hacerse por secante con papel de filtro, secado por aire o por otros medios adecuados. Mantener tanto la tira de prueba y la placa de tiras estándar de tal manera que se observe la luz reflejada por ellos en un ángulo de aproximadamente 45 °.

10.4.2 En el manejo de la tira de prueba durante la inspección y la comparación, puede evitarse el peligro de marcado o tinción si se inserta en un vidrio de tubo plano (Ver el Apéndice X 1), el cual puede ser tapado con algodón absorbente.

11. Interpretación de Resultados

11.1 Interpretar la corrosividad de la muestra de acuerdo con una de las clasificaciones del Estándar de Corrosión de Tira de Cobre según ASTM indicadas en la Tabla 1.

11.1.1 Cuando una tira está en el estado de transición evidente entre la indicada por cualquiera de las dos tiras estándares adyacentes, calificar la muestra en la clasificación más deslustrada. En caso de que una tira parezca tener un color naranja más oscuro que la Tira Estándar 1b, considerar la tira observada como que todavía pertenece a la Clasificación 1; sin embargo, si se observa cualquier evidencia de color rojo, la tira observada pertenece a la Clasificación 2.

11.1.2 Una tira color roja vino tinto en la Clasificación 2 puede ser confundida con una de color magenta nublado en una tira de color de cobre en la Clasificación 3, si el color de cobre subyacente de este último está completamente enmascarado por un matiz magenta. Para distinguir, sumergir la tira en el solvente de lavado; el primero aparecerá como una tira de color naranja oscura mientras que el último no cambiará.

11.1.3 Para distinguir tiras multicolores en las Clasificaciones 2 y 3, colocar una tira de prueba en un tubo de ensayo de 150 mm por 25 mm y llevar a una temperatura de 340 ± 30 ° C en 4 a 6 minutos con el tubo tendido sobre un plato caliente. Ajustar a la temperatura mediante la observación de un termómetro de destilación alta introducido en un segundo tubo de ensayo. Si la tira pertenece a la Clasificación 2, se asumirá el color de una tira de color plata y luego de una tira dorada. En caso de la Clasificación 3, se tomará la apariencia de un negro transparente, etc., como se describe en Clasificación 4a.

11.1.4 Repetir la prueba si se observan manchas debido a las huellas dactilares, o debido a manchas de partículas o gotitas de agua que puede haber tocado la tira de prueba durante el período de digestión.

11.1.5 Repetir la prueba también si la nitidez de los bordes a lo largo de las caras planas de la franja parece estar en una clasificación superior que la mayor parte de la tira; en este caso, es probable que los bordes fueron bruñidos durante la preparación (pulido).

12. Reporte

12.1 Reportar la corrosividad de conformidad con una de las clasificaciones enumeradas en la Tabla 1. Indicar la duración de la prueba y la temperatura de la prueba en el siguiente formato:

Tira de Corrosión de Cobre ($Xh / Y^{\circ}C$), Clasificación Zp

donde:

X = duración de la prueba, en horas,

Y = temperatura de la prueba, °C,

Z = categoría de clasificación (es decir, 1, 2, 3, o 4) y

p = clasificación de la descripción para la Z correspondiente (por ejemplo, a, b).

13. Precisión y Desviación

13.1 En el caso de los datos aprobados/no aprobados, no se encuentra aprobado ningún método generalmente aceptado para determinar la precisión o la desviación.

14. Palabras clave

14.1. Gasolina automotriz; gasolina de aviación; combustible de turbina de aviación; corrosión de cobre; tira de cobre; corrosividad al cobre; gasolina natural

TABLA 1 Clasificaciones de la Tira de Cobre

Clasificación	Designación	Descripción ^A
Tira recién pulida	...	
1	deslustre ligero	a. Naranja claro, casi la misma que la tira recién pulida b. Naranja oscuro
2	deslustre moderado	a. Rojo vino tinto b. Lavanda c. Multicolor con azul lavanda o plata, o ambos, sobrepuesta en rojo vino tinto d. Plateado e. De color cobre u oro
3	deslustre oscuro	a. Magenta nublado en la tira de color cobre b. Multicolor con color rojo y mostrando verde (pavo real), pero no gris
4	corrosión	a. Negro transparente, gris oscuro o marrón con verde pavo real que apenas se muestra b. Grafito o negro sin lustre c. Negro azabache o brillante

^A El Estándar de Corrosión de Tira de Cobre según ASTM es una reproducción a colores de tiras características de estas descripciones.

^B La tira recién pulida se incluye en la serie sólo como una indicación de la apariencia de una tira pulida adecuada antes del funcionamiento de la prueba; no es posible duplicar la apariencia después de una prueba incluso con una muestra completamente no corrosiva.

**ANEXO C: NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for Vapor
Pressure of Petroleum Products (Reid Method)**



Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)¹

This standard is issued under the fixed designation D 323; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers procedures for the determination of vapor pressure (see Note 1) of gasoline, volatile crude oil, and other volatile petroleum products. Procedure A is applicable to gasoline and other petroleum products with a vapor pressure of less than 180 kPa (26 psi). Procedure B may also be applicable to these other materials, but only gasoline was included in the interlaboratory test program to determine the precision of this test method. Neither procedure is applicable to liquefied petroleum gases or fuels containing oxygenated compounds other than methyl *t*-butyl ether (MTBE) (see Note 2). Procedure C is for materials with a vapor pressure of greater than 180 kPa (26 psi) and Procedure D for aviation gasoline with a vapor pressure of approximately 50 kPa (7 psi).

NOTE 1—Because the external atmospheric pressure is counteracted by the atmospheric pressure initially present in the vapor chamber, the Reid vapor pressure is an absolute pressure at 37.8°C (100°F) in kilopascals (pounds-force per square inch). The Reid vapor pressure differs from the true vapor pressure of the sample due to some small sample vaporization and the presence of water vapor and air in the confined space.

NOTE 2—For determination of the vapor pressure of liquefied petroleum gases refer to Test Method D 1267. For determination of the vapor pressure of gasoline-oxygenate blends refer to Test Method D 4953.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The inch-pound units given in parentheses are provided for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Specific precautionary statements are given in Sections 6 and 17, and Note 6, Note 9, Note 12, Note 13, Note A1.1 and Note A1.2.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 1267 Test Method for Vapor Pressure of Liquefied Petro-

leum (LP) Gases (LP-Gas Method)²

D 4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products³

D 4953 Test Method for Vapor Pressure of Gasoline and Gasoline-Oxygenate Blends (Dry Method)³

E 1 Specification for ASTM Thermometers⁴

3. Summary of Test Method

3.1 The liquid chamber of the vapor pressure apparatus is filled with the chilled sample and connected to the vapor chamber that has been heated to 37.8°C (100°F) in a bath. The assembled apparatus is immersed in a bath at 37.8°C (100°F) until a constant pressure is observed. The reading, suitably corrected, is reported as the Reid vapor pressure.

3.2 All four procedures utilize liquid and vapor chambers of the same internal volume. Procedure B utilizes a semi-automatic apparatus immersed in a horizontal bath and rotated while attaining equilibrium. Either a Bourdon gage or pressure transducer may be used with this procedure. Procedure C utilizes a liquid chamber with two valved openings. Procedure D requires more stringent limits on the ratio of the liquid and vapor chambers.

4. Significance and Use

4.1 Vapor pressure is an important physical property of volatile liquids. This test method is used to determine the vapor pressure at 37.8°C (100°F) of petroleum products and crude oils with initial boiling point above 0°C (32°F).

4.2 Vapor pressure is critically important for both automotive and aviation gasolines, affecting starting, warmup, and tendency to vapor lock with high operating temperatures or high altitudes. Maximum vapor pressure limits for gasoline are legally mandated in some areas as a measure of air pollution control.

4.3 Vapor pressure of crude oils is of importance to the crude producer and the refiner for general handling and initial refinery treatment.

4.4 Vapor pressure is also used as an indirect measure of the evaporation rate of volatile petroleum solvents.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.08 on Volatility.

Current edition approved April 10, 1999. Published June 1999. Originally published as D 323 – 30. Last previous edition D 323 – 99.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.01.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.02.

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.03.

5. Apparatus

5.1 The required apparatus for Procedures A, C, and D is described in Annex A1. Apparatus for Procedure B is described in Annex A2.

6. Hazards

6.1 Gross errors can be obtained in vapor pressure measurements if the prescribed procedure is not followed carefully. The following list emphasizes the importance of strict adherence to the precautions given in the procedure:

6.1.1 *Checking the Pressure Gage*—Check all gages against a pressure measuring device (see A1.6) after each test to ensure higher precision of results (see 11.4). Read the gage while in a vertical position and after tapping it lightly.

6.1.2 *Checking for Leaks*—Check all apparatus before and during each test for both liquid and vapor leaks (see Note 7).

6.1.3 *Sampling*—Because initial sampling and the handling of samples will greatly affect the final results, employ the utmost precaution and the most meticulous care to avoid losses through evaporation and even slight changes in composition (see Section 7 and 11.1). In no case shall any part of the Reid apparatus itself be used as the sample container prior to actually conducting the test.

6.1.4 *Purging the Apparatus*—Thoroughly purge the pressure gage, the liquid chamber, and the vapor chamber to be sure that they are free of residual sample. This is most conveniently done at the end of the test in preparation for the next test (see 11.5 and 14.5).

6.1.5 *Coupling the Apparatus*—Carefully observe the requirements of 11.2.

6.1.6 *Shaking the Apparatus*—Shake the apparatus vigorously as directed to ensure equilibrium.

7. Sampling

7.1 The extreme sensitivity of vapor pressure measurements to losses through evaporation and the resulting changes in composition is such as to require the utmost precaution and the most meticulous care in the handling of samples. The provisions of this section shall apply to all samples for vapor pressure determinations, except as specifically excluded for samples having vapor pressures above 180 kPa (26 psi); see Section 18.

7.2 Sampling shall be done in accordance with Practice D 4057.

7.3 *Sample Container Size*—The size of the sample container from which the vapor pressure sample is taken shall be 1 L (1 qt). It shall be 70 to 80 % filled with sample.

7.3.1 The present precision statement has been derived using samples in 1-L (1-qt) containers. However, samples taken in containers of other sizes as prescribed in Practice D 4057 can be used if it is recognized that the precision could be affected. In the case of referee testing, the 1-L (1-qt) sample container shall be mandatory.

7.4 The Reid vapor pressure determination shall be performed on the first test specimen withdrawn from the sample container. The remaining sample in the container cannot be used for a second vapor pressure determination. If necessary, obtain a new sample.

7.4.1 Protect samples from excessive heat prior to testing.

7.4.2 Do not test samples in leaky containers. They should be discarded and new samples obtained.

7.5 *Sampling Handling Temperature*—In all cases, cool the sample container and contents to 0 to 1°C (32 to 34°F) before the container is opened. Sufficient time to reach this temperature shall be ensured by direct measurement of the temperature of a similar liquid in a like container placed in the cooling bath at the same time as the sample.

8. Report

8.1 Report the result observed in 11.4 or 14.4, after correcting for any difference between the gage and the pressure measuring device (see A1.6), to the nearest 0.25 kPa (0.05 psi) as the Reid vapor pressure.

9. Precision and Bias

9.1 The following criteria are to be used for judging the acceptability of results (95 % confidence):

9.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value only in one case in twenty.

Procedure	Range		Repeatability		
	kPa	psi	kPa	psi	
A Gasoline	35–100	5–15	3.2	0.46	Note 3
B Gasoline	35–100	5–15	1.2	0.17	Note 3
A	0–35	0–5	0.7	0.10	Note 4
A	110–180	16–26	2.1	0.3	Note 4
C	>180	>26	2.8	0.4	Note 4
D Aviation Gasoline	50	7	0.7	0.1	Note 4

9.1.2 *Reproducibility*—The difference between two, single and independent results, obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value only in one case in twenty.

Procedure	Range		Reproducibility		
	kPa	psi	kPa	psi	
A Gasoline	35–100	5–15	5.2	0.75	Note 3
B Gasoline	35–100	5–15	4.5	0.66	Note 3
A	0–35	0–5	2.4	0.35	Note 4
A	110–180	16–26	2.8	0.4	Note 4
C	>180	>26	4.9	0.7	Note 4
D Aviation Gasoline	50	7	1.0	0.15	Note 4

NOTE 3—These precision values are derived from a 1987 cooperative program⁵ and the current Committee D-2 Statistical Method RR:D02-1007.

NOTE 4—These precision values were developed in the early 1950's prior to the current statistical evaluation method.

9.2 Bias:

9.2.1 *Absolute Bias*—Since there is no accepted reference material suitable for determining the bias for this test method, bias cannot be determined. The amount of bias between this test vapor pressure and true vapor pressure is unknown.

⁵ The results of the cooperative test program from which these values have been derived are filed at ASTM Headquarters. Request RR:D02-1245.

9.2.2 *Relative Bias*— There is no statistically significant bias between Procedures A and B for gasolines as determined in the last cooperative test program.

**PROCEDURE A
FOR PETROLEUM PRODUCTS HAVING REID
VAPOR PRESSURES BELOW
180 kPa (26 psi)**

10. Preparation for Test

10.1 *Verification of Sample Container Filling*—With the sample at a temperature of 0 to 1°C, take the container from the cooling bath or refrigerator and wipe dry with absorbent material. If the container is not transparent, unseal it, and using a suitable gage, confirm that the sample volume equals 70 to 80 % of the container capacity (see Note 5). If the sample is contained in a transparent glass container, verify that the container is 70 to 80 % full by suitable means (see Note 5).

NOTE 5—For non-transparent containers, one way to confirm that the sample volume equals 70 to 80 % of the container capacity is to use a dipstick that has been pre-marked to indicate the 70 and 80 % container capacities. The dipstick should be of such material that it shows wetting after being immersed and withdrawn from the sample. To confirm the sample volume, insert the dipstick into the sample container so that it touches the bottom of the container at a perpendicular angle, before removing the dipstick. For transparent containers, using a marked ruler or by comparing the sample container to a like container that has the 70 and 80 % levels clearly marked, has been found suitable.

10.1.1 Discard the sample if its volume is less than 70 % of the container capacity.

10.1.2 If the container is more than 80 % full, pour out enough sample to bring the container contents within the 70 to 80 % range. Under no circumstances shall any sample poured out be returned to the container.

10.1.3 Reseal the container, if necessary, and return the sample container to the cooling bath.

10.2 *Air Saturation of Sample in Sample Container:*

10.2.1 *Non-transparent Containers*—With the sample again at a temperature between 0 and 1°C, take the container from the cooling bath, wipe it dry with an absorbent material, remove the cap momentarily taking care that no water enters, reseal, and shake vigorously. Return it to the cooling bath for a minimum of 2 min.

10.2.2 *Transparent Containers*—Since 10.1 does not require that the sample container be opened to verify the sample capacity, it is necessary to unseal the cap momentarily before resealing it so that samples in transparent containers are treated the same as samples in non-transparent containers. After performing this task, proceed with 10.2.1.

10.2.3 Repeat 10.2.1 twice more. Return the sample to the bath until the beginning of the procedure.

10.3 *Preparation of Liquid Chamber*—Completely immerse the open liquid chamber in an upright position and the sample transfer connection (see Fig. A1.2) in a bath at a temperature between 0 and 1°C (32 and 34°F) for at least 10 min.

10.4 *Preparation of Vapor Chamber*—After purging and rinsing the vapor chamber and pressure gage in accordance with 11.5, connect the gage to the vapor chamber. Immerse the vapor chamber to at least 25.4 mm (1 in.) above its top in the

water bath maintained at 37.8 \pm 0.1°C (100 \pm 0.2°F) for not less than 10 min just prior to coupling it to the liquid chamber. Do not remove the vapor chamber from the bath until the liquid chamber has been filled with sample, as described in 11.1.

11. Procedure

11.1 *Sample Transfer*— Remove the sample from the cooling bath, uncap, and insert the chilled transfer tube (see Fig. 1). Remove the liquid chamber from the cooling bath, and place the chamber in an inverted position over the top of the transfer tube. Invert the entire system rapidly so that the liquid chamber is upright with the end of the transfer tube approximately 6 mm (0.25 in.) from the bottom of the liquid chamber. Fill the chamber to overflowing (see Note 6). Withdraw the transfer tube from the liquid chamber while allowing the sample to continue flowing up to complete withdrawal.

NOTE 6—*Precaution:* In addition to other precautions, make provision for suitable containment and disposal of the overflowing sample to avoid fire hazard.

11.2 *Assembly of Apparatus*—Immediately remove the vapor chamber from the water bath and couple the filled liquid chamber to the vapor chamber as quickly as possible without spillage. When the vapor chamber is removed from the water bath, connect it to the liquid chamber without undue movement that could promote exchange of room temperature air with the 37.8°C (100°F) air in the chamber. Not more than 10 s shall elapse between removing the vapor chamber from the water bath and completion of the coupling of the two chambers.

11.3 *Introduction of the Apparatus into Bath*—Turn the assembled apparatus upside down and allow all the sample in the liquid chamber to drain into the vapor chamber. With the apparatus still inverted, shake it vigorously eight times up and down. With the gage end up, immerse the assembled apparatus in the bath, maintained at 37.8 \pm 0.1°C (100 \pm 0.2°F), in an inclined position so that the connection of the liquid and vapor chambers is below the water level and carefully examine for leaks (see Note 7). If no leaks are observed, further immerse the apparatus to at least 25 mm (1 in.) above the top of the vapor chamber. Observe the apparatus for leaks throughout the test and discard the test at anytime a leak is detected.

NOTE 7—Liquid leaks are more difficult to detect than vapor leaks; and because the coupling between the chambers is normally in the liquid section of the apparatus, give it particular attention.

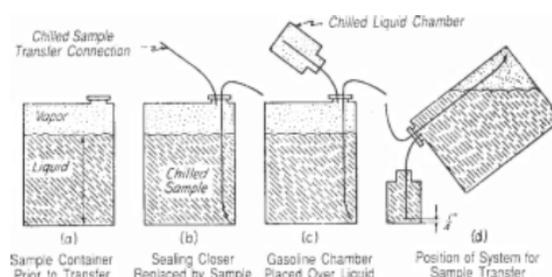


FIG. 1 Simplified Sketches Outlining Method Transferring Sample to Liquid Chamber from Open-Type Containers

11.4 *Measurement of Vapor Pressure*—After the assembled apparatus has been in the water bath for at least 5 min, tap the pressure gage lightly and observe the reading. Withdraw the apparatus from the bath and repeat the instructions of 11.3. At intervals of not less than 2 min, tap the gage, observe the reading, and repeat 11.3 until a total of not less than five shakings and gage readings have been made. Continue this procedure, as necessary, until the last two consecutive gage readings are the same, indicating that equilibrium has been attained. Read the final gage pressure to the nearest 0.25 kPa (0.05 psi) and record this value as the uncorrected vapor pressure of the sample. Without undue delay, remove the pressure gage from the apparatus (see Note 8) without attempting to remove any liquid that may be trapped in the gage, check its reading against that of the pressure measuring device (see A1.6) while both are subjected to a common steady pressure that is within 1.0 kPa (0.2 psi) of the recorded uncorrected vapor pressure. If a difference is observed between the pressure measuring device and the pressure gage readings, the difference is added to the uncorrected vapor pressure when the pressure measuring device reading is higher, or subtracted from the uncorrected vapor pressure when the pressure measuring device reading is lower, and the resulting value recorded as the Reid vapor pressure of the sample.

NOTE 8—Cooling the assembly prior to disconnecting the gage will facilitate disassembly and reduce the amount of hydrocarbon vapors released into the room.

11.5 *Preparation of Apparatus for Next Test:*

11.5.1 Thoroughly purge the vapor chamber of residual sample by filling it with warm water above 32°C (90°F) and allowing it to drain. Repeat this purging at least five times. Purge the liquid chamber in the same manner. Rinse both chambers and the transfer tube several times with petroleum naphtha, then several times with acetone, then blow dry using dried air. Place the liquid chamber in the cooling bath or refrigerator in preparation for the next test.

11.5.2 If the purging of the vapor chamber is done in a bath, be sure to avoid small films of floating sample by keeping the bottom and top openings of the chamber closed as they pass through the water surface.

11.5.3 *Preparation of Gage*—Disconnect the gage from its manifold connection with the pressure measuring device and remove trapped liquid in the Bourdon tube of the gage by repeated centrifugal thrusts. This is accomplished in the following manner: hold the gage between the palms of the hands with the right palm on the face of the gage and the threaded connection of the gage forward. Extend the arms forward and upward at an angle of 45°. Swing the arms rapidly downward through an arc of about 135° so that centrifugal force aids gravity in removing trapped liquid. Repeat this operation at least three times or until all liquid has been expelled from the gage. Connect the gage to the vapor chamber with the liquid connection closed and place in the 37.8°C (100°F) bath to condition for the next test. (see Note 9).

NOTE 9—**Caution:** Do not leave the vapor chamber with the gage attached in the water bath for a longer period of time than necessary to condition for the next test. Water vapor can condense in the Bourdon tube and lead to erroneous results.

PROCEDURE B FOR PETROLEUM PRODUCTS HAVING REID VAPOR PRESSURES BELOW 180 kPa (26 psi), (HORIZONTAL BATH)

12. Sampling

12.1 Refer to Section 7.

13. Preparation for Test

13.1 Refer to Section 10.

14. Procedure

14.1 *Sample Transfer*—Remove the sample from the cooling bath, uncap, and insert the chilled transfer tube (see Fig. 1). Remove the liquid chamber from the cooling bath, and place the chamber in an inverted position over the top of the transfer tube. Invert the entire system rapidly so that the liquid chamber is upright with the end of the transfer tube approximately 6 mm (0.25 in.) from the bottom of the liquid chamber. Fill the chamber to overflowing (see Note 6). Withdraw the transfer tube from the liquid chamber while allowing the sample to continue flowing up to complete withdrawal.

14.2 *Assembly of Apparatus*—Immediately remove the vapor chamber from the water bath. Disconnect the spiral tubing at the quick action disconnect. Couple the filled liquid chamber to the vapor chamber as quickly as possible without spillage or movement that could promote exchange of room temperature air with the 37.8°C (100°F) air in the vapor chamber. Not more than 10 s shall elapse between removing the vapor chamber from the water bath and completion of the coupling of the two chambers.

14.3 *Introduction of the Apparatus into the Bath*—While holding the apparatus vertically, immediately reconnect the spiral tubing at the quick action disconnect. Tilt the apparatus between 20 and 30° downward for 4 or 5 s to allow the sample to flow into the vapor chamber without getting into the tube extending into the vapor chamber from the gage, or pressure transducer. Place the assembled apparatus into the water bath maintained at 37.8 \pm 0.1°C (100 \pm 0.2°F) in such a way that the bottom of the liquid chamber engages the drive coupling and the other end of the apparatus rests on the support bearing. Turn on the switch to begin the rotation of the assembled liquid-vapor chambers. Observe the apparatus for leakage throughout the test (see Note 7). Discard the test at anytime a leak is detected.

14.4 *Measurement of Vapor Pressure*—After the assembled apparatus has been in the bath for at least 5 min, tap the pressure gage lightly and observe the reading. Repeat the tapping and reading at intervals of not less than 2 min, until two consecutive readings are the same. (Tapping is not necessary with the transducer model but the reading intervals should be the same.) Read the final gage or transducer pressure to the nearest 0.25 kPa (0.05 psi) and record this value as the uncorrected vapor pressure. Without undue delay, disconnect the gage from the apparatus. Connect the gage or pressure transducer to a pressure measuring device. Check its reading against that of the pressure measuring device while both are subjected to a common steady pressure that is within 1.0 kPa

(0.2 psi) of the recorded uncorrected vapor pressure. If a difference is observed between the pressure measuring device and gage or transducer readings, the difference is added to the uncorrected vapor pressure when the pressure measuring device reading is higher, or subtracted from the uncorrected vapor pressure when the pressure measuring device reading is lower, and the resulting value recorded as the Reid vapor pressure of the sample.

14.5 Preparation of Apparatus for Next Test:

14.5.1 Thoroughly purge the vapor chamber of residual sample by filling it with warm water above 32°C (90°F) and allowing it to drain. Repeat this purging at least five times. Purge the liquid chamber in the same manner. Rinse both chambers and the transfer tube several times with petroleum naphtha, then several times with acetone, then blow dry using dried air. Place the liquid chamber in the cooling bath or refrigerator in preparation for the next test (see Note 9).

14.5.2 If the purging of the vapor chamber is done in a bath, be sure to avoid small films of floating sample by keeping the bottom and top openings of the chamber closed as they pass through the water surface.

14.5.3 *Preparation of Gage or Transducer*—In the correct operation of this procedure, liquid should not reach the gage or transducer. If it is observed or suspected that liquid has reached the gage, purge the gage as described in 11.5.3. The transducer has no cavity to trap liquid. Ensure that no liquid is present in the T handle fitting or spiral tubing by forcing a stream of dry air through the tubing. Connect the gage or transducer to the vapor chamber with the liquid connection closed and place in the 37.8°C (100°F) bath to condition for the next test.

**PROCEDURE C
FOR PETROLEUM PRODUCTS HAVING REID
VAPOR PRESSURES ABOVE
180 kPa (26 psi)**

15. Introduction

15.1 With products having vapor pressure over 180 kPa (26 psi) see Note 10), the procedure described in Sections 7-11 is hazardous and inaccurate. Consequently, the following sections define changes in apparatus and procedure for the determinations of vapor pressures above 180 kPa. Except as specifically stated, all the requirements of Sections 1-11 shall apply.

NOTE 10—If necessary, either Procedure A or B can be used to determine if the vapor pressure of a product is above 180 kPa.

16. Apparatus

16.1 Apparatus as described in Annex A1 using the liquid chamber with two openings.

16.2 *Pressure Gage Calibration*—A dead-weight tester (see A1.7) can be used in place of the mercury manometer as a pressure measuring device (see A1.6) for checking gage readings above 180 kPa (26 psi). In 6.1.1, 8.1, 11.4, and 11.5.3 where the words *pressure measuring device* and *pressure measuring device reading* appear, include as an alternative *dead-weight tester* and *calibrated gage reading* respectively.

17. Hazards

17.1 The precaution in 6.1.6 shall not apply.

18. Sampling

18.1 Sections 7.3, 7.3.1, 7.4 and 7.5 shall not apply.

18.2 *Sample Container Size*—The size of the sample container from which the vapor pressure sample is taken shall not be less than 0.5 L (1 pt) liquid capacity.

19. Preparation for Test

19.1 Paragraphs 10.1 and 10.2 shall not apply.

19.2 Any safe method of displacement of the test sample from the sample container that ensures filling the liquid chamber with a chilled, unweathered sample may be employed. The following, 19.3-19.5, describe displacement by self-induced pressure.

19.3 Maintain the sample container at a temperature sufficiently high to maintain superatmospheric pressure but not substantially over 37.8°C (100°F).

19.4 Completely immerse the liquid chamber, with both valves open, in the water cooling bath for a sufficient length of time to allow it to reach the bath temperature of 0 to 4.5°C (32 to 40°F).

19.5 Connect a suitable ice-cooled coil to the outlet valve of the sample container (see Note 11).

NOTE 11—A suitable ice-cooled coil can be prepared by immersing a spiral of approximately 8 m (25 ft) of 6.35-mm (0.25-in.) copper tubing in a bucket of ice water.

20. Procedure

20.1 Paragraphs 11.1 and 11.2 shall not apply.

20.2 Connect the 6.35-mm (0.25-in.) valve of the chilled liquid chamber to the ice-cooled coil. With the 12.7-mm (0.5 in.) valve of the liquid chamber closed, open the outlet valve of the sample container and the 6.35-mm (0.25-in.) valve of the liquid chamber. Open the liquid chamber 12.7-mm (0.5-in.) valve slightly and allow the liquid chamber to fill slowly. Allow the sample to overflow until the overflow volume is 200 mL or more. Control this operation so that no appreciable drop in pressure occurs at the liquid chamber 6.35-mm (0.25-in.) valve. In the order named, close the liquid chamber 12.7-mm (0.5-in.) and 6.35-mm (0.25-in.) valves; and then close all other valves in the sample system. Disconnect the liquid chamber and the cooling coil.

NOTE 12—**Warning:** Combustible. Keep away from heat, sparks, and open flame. Keep container closed. Use only with adequate ventilation. Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist. Avoid prolonged, repeated contact with skin.

NOTE 13—**Precaution:** In addition to other precautions, provide a safe means of disposal of liquid and vapor escaping during this whole operation.

20.2.1 To avoid rupture because of the liquid-full condition of the liquid chamber, the liquid chamber must be quickly attached to the vapor chamber and the 12.7-mm (0.5-in.) valve opened.

20.3 Immediately attach the liquid chamber to the vapor chamber and open the liquid chamber 12.7-mm (0.5-in.) valve. Not more than 25 s shall pass in completing the assembly of the apparatus after filling the liquid chamber, using the following sequence of operations:

20.3.1 Remove the vapor chamber from the water bath.

20.3.2 Connect the vapor chamber to the liquid chamber.

20.3.3 Open the liquid chamber 12.7-mm (0.5-in.) valve.

20.4 If a dead-weight tester is used instead of the mercury manometer as a pressure measuring device (see 16.2), apply the calibration factor in kilopascals (pounds-force per square inch) established for the pressure gage to the uncorrected vapor pressure. Record this value as the calibrated gage reading and use in Section 8 in place of the pressure measuring device reading.

**PROCEDURE D
FOR AVIATION GASOLINES
APPROXIMATELY 50 kPa (7 psi) REID VAPOR
PRESSURE**

21. Introduction

21.1 The following sections define changes in apparatus and procedure for the determination of the vapor pressure of aviation gasoline. Except as specifically stated hererin, all the requirements set forth in Sections 1-11 shall apply.

22. Apparatus

22.1 *Ratio of Vapor and Liquid Chambers*—The ratio of the volume of the vapor chamber to the volume of the liquid chamber shall be between the limits of 3.95 and 4.05 (see A1.1.4).

23. Sampling

23.1 Refer to Section 7.

24. Preparation for Test

24.1 *Checking the Pressure Gage or Pressure Transducer*—The gage shall be checked at 50 kPa (7 psi) against a mercury column (or some other calibrated pressure measuring device) before each vapor pressure measurement to ensure that it conforms to the requirements of A1.2. This preliminary check shall be made in addition to the final gagecomparison specified in 11.4 or 14.4.

25. Procedure

25.1 Refer to Section 11.

26. Keywords

26.1 crude oils; gasoline; Reid vapor pressure; spark-ignition engine fuel; vapor pressure; volatility

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. APPARATUS FOR VAPOR PRESSURE TEST PROCEDURE A

A1.1 *Reid Vapor Pressure Apparatus*, consisting of two chambers, a vapor chamber (upper section) and a liquid chamber (lower section), shall conform to the following requirements:

A1.1.1 *Vapor Chamber*— The upper section or chamber, as shown in Fig. A1.1, shall be a cylindrical vessel having the inside dimensions of 51 \pm 3 mm (2 \pm $\frac{1}{8}$ in.) in diameter and 254 \pm 3 mm (10 \pm $\frac{1}{8}$ in.) in length, with the inner surfaces of the ends slightly sloped to provide complete drainage from either end when held in a vertical position. On one end of the vapor chamber, a suitable gage coupling with an internal diameter of not less than 4.7 mm ($\frac{3}{16}$ in.) shall be provided to receive the 6.35-mm ($\frac{1}{4}$ -in.) gage connection. In the other end of the vapor chamber, an opening approximately 12.7 mm ($\frac{1}{2}$ in.) in diameter shall be provided for coupling with the liquid chamber. Care shall be taken that the connections to the openings do not prevent the chamber from draining completely.

A1.1.2 *Liquid Chamber—One Opening*—The lower section or liquid chamber, as shown in Fig. A1.1, shall be a cylindrical vessel of the same inside diameter as the vapor chamber and of such a volume that the ratio of the volume of the vapor chamber to the volume of the liquid chamber shall be between 3.8 and 4.2. (see A1.1.3). In one end of the liquid chamber an opening of approximately 12.7 mm ($\frac{1}{2}$ in.) in diameter shall be

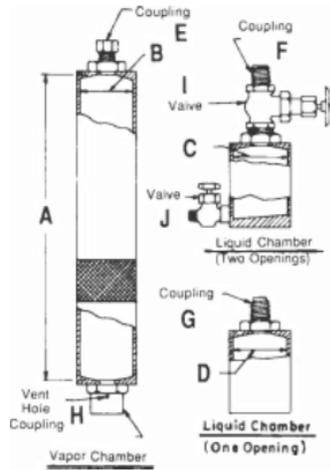
provided for coupling with the vapor chamber. The inner surface of the coupling end shall be sloped to provide complete drainage when inverted. The other end of the chamber shall be completely closed.

NOTE A1.1—Caution: To maintain the correct volume ratio between the vapor chamber and the liquid chamber, paired chambers shall not be interchanged without recalibration to ascertain that the volume ratio is within the required limits.

A1.1.3 The ratio of paired vapor and liquid chambers to be used for aviation gasoline testing shall be between 3.95 and 4.05.

A1.1.4 *Liquid Chamber—Two Openings*—For sampling from closed vessels, the liquid section of liquid chamber, as shown in Fig. A1.1, shall be essentially the same as the liquid chamber described in A1.1.2, except that a 6.35-mm (0.25-in.) valve shall be attached near the bottom of the liquid chamber and a 12.7-mm (0.5-in.) straight-through, full-opening valve shall be introduced in the coupling between the chambers. The volume of the liquid chamber, including only the capacity enclosed by the valves, shall fulfill the volume ratio requirements as set forth in A1.1.2.

A1.1.5 In determining the capacities for the two-opening liquid chamber (Fig. A1.1), the capacity of the liquid chamber shall be considered as that below the 12.7-mm (0.5-in.) valve



DIMENSIONS OF VAPOR PRESSURE APPARATUS

Key	Description	mm	in.
A	Vapor chamber length	254 ± 3	10 6 1/8
B, C, D	Vapor and gasoline chambers, Liquid ID	51 ± 3	2 6 1/8
E	Coupling, ID min	4.7	3/16
F, G	Coupling, OD	12.7	1/2
H	Coupling, ID	12.7	1/2
I	Valve	12.7	1/2
J	Valve	6.35	1/4

FIG. A1.1 Vapor Pressure Apparatus

closure. The volume above the 12.7-mm (0.5-in.) valve closure, including the portion of the coupling permanently attached to the liquid chamber, shall be considered as a part of the vapor chamber capacity.

A1.1.6 Method of Coupling Vapor and Liquid Chambers—Any method of coupling the vapor and liquid chambers can be employed, provided that no sample is lost from the liquid chamber during the coupling operation, that no compression effect is caused by the act of coupling, and that the assembly is free of leaks under the conditions of the tests. To avoid displacement of sample during assembly, the male fitting of the coupling must be on the liquid chamber. To avoid compression of air during assembly, a vent hole must be present to ensure atmospheric pressure in the vapor chamber at the instant of sealing.

NOTE A1.2—Caution: Some commercially available apparatus do not make adequate provision for avoiding air compression effects. Before employing any apparatus, it shall be established that the act of coupling the two chambers does not compress air in the vapor chamber. This can be accomplished by tightly stoppering the liquid chamber and coupling the apparatus in the normal manner, utilizing a 0 to 35 kPa (0 to 5 psi) gage. Any observable pressure increase on the gage is an indication that the apparatus does not adequately meet the specifications of this test method. If this problem is encountered, consult the manufacturer for a remedy.

A1.1.7 Volumetric Capacity of Vapor and Liquid Chambers—To ascertain if the volume ratio of the chambers is within the specified limits of 3.8 to 4.2 (see A1.1.3), carefully measure a quantity of water greater than will be required to fill the two chambers. (A dispensing buret is a convenient vessel for this operation.) Without spillage fill the liquid chamber completely. The difference between the original volume and the remaining volume of the measured water quantity is the volume of the liquid chamber. Without spillage couple the liquid and vapor chambers and fill the vapor chamber to the seat of the gage connection with more of the measured water. The difference between the final volume of the measured water quantity and the intermediate volume measured after ascertaining the liquid chamber volume is the volume of the vapor chamber.

A1.2 Pressure Gage—The pressure gage shall be a Bourdon type spring gage of test gage quality 100 to 150 mm (4.5 to 6.5 in.) in diameter provided with a nominal 6.35-mm (0.25-in.) male thread connection with a passageway not less than 4.7 mm (3/16 in.) in diameter from the Bourdon tube to the atmosphere. The range and graduations of the pressure gage shall be governed by the vapor pressure of the sample being tested, in accordance with Table A1.1. Only accurate gages shall be continued in use. When the gage reading differs from the pressure measuring device reading, or dead-weight tester reading when testing gages above 180 kPa (26 psi), by more than 1 % of the scale range of the gage, the gage shall be considered inaccurate. For example, the calibration correction shall not be greater than 0.3 kPa (0.15 psi) for a 0 to 30-kPa (0 to 15 psi-) gage or 0.9 kPa (0.3 psi) for a 0 to 90-kPa (0 to 30-psi) gage.

NOTE A1.3—Gages 90 mm (3.5 in.) in diameter can be used in the 0 to 35 kPa (0 to 5 psi) range.

A1.3 Cooling Bath—A cooling bath shall be provided of such dimensions that the sample containers and the liquid

TABLE A1.1 Pressure Gage Range and Graduations

Reid Vapor Pressure	Gage to be Used							
	Scale Range				Maximum Numbered Intervals			
	kPa	psi	kPa	psi	kPa	psi	kPa	psi
# 27.5	# 4	0-35	0-5	5.0	1	0.5	0.1	
20.0-75.0	3-12	0-100	0-15	15.0	3	0.5	0.1	
70.0-180.0	10-26	0-200	0-30	25.0	5	1.0	0.2	
70.0-250.0	10-36	0-300	0-45	25.0	5	1.0	0.2	
200.0-375.0	30-55	0-400	0-60	50.0	10	1.5	0.25	
\$ 350.0	\$ 50	0-700	0-100	50.0	10	2.5	0.5	

chambers can be completely immersed. Means for maintaining the bath at a temperature between 0 and 1 (32 and 34°F) must be provided. Do not use solid carbon dioxide to cool samples in storage or in the preparation of the air saturation step. Carbon dioxide is appreciably soluble in gasoline and its use has been found to be the cause of erroneous vapor pressure data.

A1.4 *Water Bath*—The water bath shall be of such dimensions that the vapor pressure apparatus can be immersed to at least 25.4 mm (1 in.) above the top of the vapor chamber. Means for maintaining the bath at a constant temperature of 37.8 \pm 0.1°C (100 \pm 0.2°F) shall be provided. In order to check this temperature, the bath thermometer shall be immersed to the 37°C (98°F) mark throughout the vapor pressure determination.

A1.5 *Thermometer*—An ASTM Reid Vapor Pressure Thermometer 18C (18F) having a range from 34 to 42°C (94 to 108°F) and conforming to the requirements in Specification E 1.

A1.6 *Pressure Measuring Device*—A pressure measuring device having a range suitable for checking the pressure gage employed shall be used. The pressure measuring device shall have a minimum accuracy of 0.5 kPa (0.07 psi) with increments no larger than 0.5 kPa (0.07 psi).

A1.6.1 When a mercury manometer is not used as the pressure measuring device, the calibration of the pressure measuring device employed shall be periodically checked

(with traceability to a nationally recognized standard) to ensure that the device remains within the required accuracy specified in A1.6.

A1.7 *Dead-Weight Tester*—A dead-weight tester can be used in place of the mercury manometer if used as the pressure measuring device(A1.6) for checking gage readings above 180 kPa (26 psi).

A1.8 *Sample Transfer Connection*—This is a device for removing liquid from the sample container without interfering with the vapor space. The device consists of two tubes inserted into a two-holed stopper of appropriate dimensions to fit the opening of the sample container. One of the tubes is short for the delivery of the sample, and the other is long enough to reach the bottom corner of the sample container. Fig. A1.2 shows a suitable arrangement.

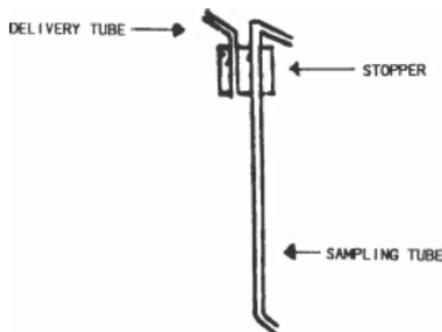


FIG. A1.2 Sample Transfer Connection

A2. APPARATUS FOR VAPOR PRESSURE TEST PROCEDURE B

A2.1 *Vapor Pressure Apparatus*—Refer to A1.1.1 through Note A1.1 and A1.1.6 and A1.1.7.

A2.2 *Pressure Gage*—The pressure measuring system shall be a Bourdon type spring gage, as described in A1.2 or a suitable pressure transducer and digital readout. The pressure measuring system shall be remotely mounted from the vapor pressure apparatus and terminations provided for use of a quick connection type fitting.

A2.3 *Cooling Bath*—Refer to Note A1.1

A2.4 *Water Bath*—The water bath shall be of such dimensions that the vapor pressure apparatus can be immersed in a horizontal position. Provision shall be made to rotate the apparatus on its axis 350° in one direction and then 350° in the opposite direction in repetitive fashion. Means for maintaining the bath at a constant temperature of 37.8 \pm 0.1°C (100 \pm 0.2°F) shall be provided. In order to check this temperature, the

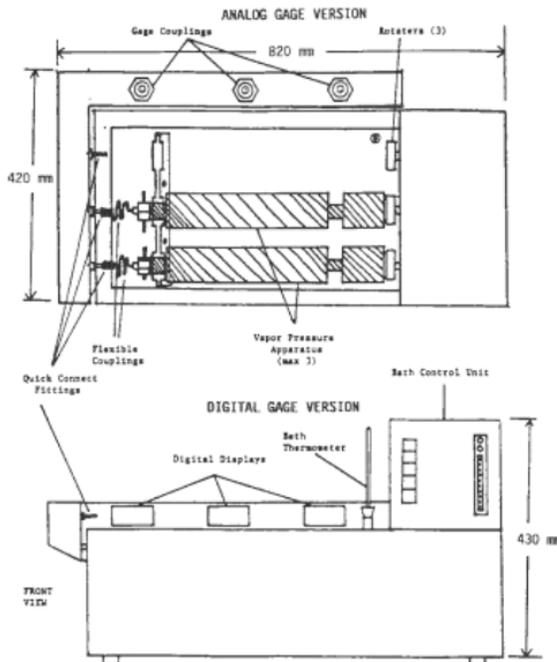


FIG. A2.1 Apparatus for Vapor Pressure, Procedure B

bath thermometer shall be immersed to the 37°C (98°F) mark throughout the vapor pressure determination. A suitable bath is shown in Fig. A2.1 and is available commercially.

A2.5 *Thermometers*—Refer to A1.5.

A2.6 *Pressure Measuring Device*—Refer to A1.6.

A2.7 *Flexible Coupler*—A suitable flexible coupling shall be provided for connection of the rotating vapor pressure apparatus to the pressure measuring device.

A2.8 *Vapor Chamber Tube*—The vapor chamber tube of inner diameter 3 mm ($\frac{1}{8}$ in.) and length of 114 mm (4.5 in.) shall be inserted into the pressure measuring end of the vapor chamber to prevent liquid from entering the vapor pressure measuring connections (see Fig. A2.2).

A2.9 *Sample Transfer Connection*—Refer to A1.8.

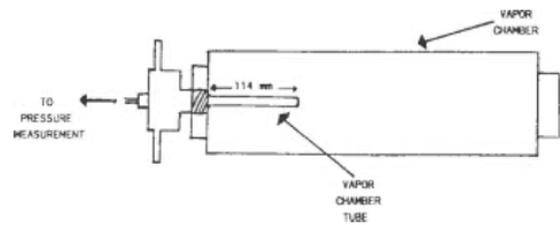


FIG. A2.2 Vapor Chamber Tube Inserted in Vapor Chamber

SUMMARY OF CHANGES

Committee D02.08 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (Test Method D 323-94) that may impact the use of this standard.

- (1) Updated the information in Footnote 6 to reflect current supplier.
- (2) A new Note 5 has been added after section 10.1 to provide guidance as to how to verify whether a transparent or non-transparent container is filled to between 70 and 80 % by volume of the sample container capacity.
- (3) A new paragraph, 10.1.3, has been added to explicitly state to reseal the sample container, if necessary.
- (4) A new paragraph, 10.2.1, has been added (and subsequent sections renumbered) to ensure that transparent and non-transparent containers are opened the same number of times prior to analysis.
- (5) A1.6 and A2.6 requirements have been changed from mercury manometer to pressure measuring device. An accuracy requirement for the pressure measuring device has also been specified. References to manometer have been replaced with pressure measuring device as appropriate throughout the method. Paragraph A1.6.1 has been added to require pressure measuring devices that are not mercury manometers to have their calibrations periodically checked (with traceability to a nationally recognized standard).

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

**ANEXO D: Traducción NORMA ASTM D 323 – 06: Standard Test Method for
Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)**



Método estándar para Presión de Vapor de Productos del Petróleo (Método Reid)¹

Este método es usado bajo la designación fija D 323; el número inmediato siguiente a la designación indica el año de adopción original, o en el caso de revisión, el año de la última revisión. Un número en paréntesis indica en año de la última reprobación. Un superíndice epsilon (^ε) indica un cambio editorial desde la última revisión o reprobación.

Este estándar ha sido aprobado por las agencias del Departamento de Defensa.

1. Alcance

1.1 Este método cubre el procedimiento para la determinación de presión de vapor (ver Nota 1) de gasolina, aceites crudos volátiles y otros productos del petróleo volátiles.

1.2 El procedimiento A es aplicable a gasolina y otros productos del petróleo con una presión de vapor menor de 180 kPa (26 psi).

1.3 El procedimiento B también puede ser aplicable a estos productos, pero solamente la gasolina fue incluida en los programas de prueba de interlaboratorios para determinar la precisión del método.

1.4 El procedimiento C es aplicable a productos con una presión de vapor mayor de 180 kPa (26 psi)

1.5 Procedimiento D es usado para gasolinas de aviación con una presión de vapor de aproximadamente 50 kPa (7 psi).

NOTA 1- Debido a que la presión externa atmosférica es contrarrestada por la presión atmosférica inicialmente presente en la cámara de vapor, la presión de vapor Reid es una presión absoluta a 37.8 °C (100°F), en kilopascal (libras fuerzas/pulgada²). La presión de vapor Reid es diferente a la verdadera presión de vapor de la muestra, debido a la ligera evaporación de la muestra y a la presencia de vapor de agua y aire en el espacio confinado.

1.6 Este método de prueba no es aplicable a gases licuados del petróleo o combustibles contienen oxígeno compuestos otra cosa que éter del [t-butyl] del metilo (MTBE). Para determinación de la presión del vapor de gases licuados del petróleo, refiere Probar Método D 1267 o Método de la Prueba D 6897. Por determinación de la presión del vapor de gasolina-oxigenadas mezclas, refiere Probar Método D 4953. No se ha determinado la precisión por aceite crudo desde el temprano 1950s (ve Nota 3). Método de la Prueba D 6377 ha estado aceptado como un método por determinación de presión del vapor de aceite crudo. IP 481 es un método de la prueba por determinación del aire-saturado presión del vapor de aceite crudo.

1.7 Las unidades del Sistema Inglés (SI), son las estandarizadas. Únicamente como información se encuentran entre paréntesis las libras o pulgadas.

1.8 *Este método no proporciona todo lo referente a seguridad asociado con su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar, establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud y determinar las aplicaciones y limitaciones previas a su uso.* Las precauciones específicas

se indican en las Secciones 7 y 18 y 12.5.3, 15.5, 21.2, A1.1.2 y A1.1.6, y A2.3.

2. Documentos de referencia.

2.1 Métodos ASTM:²

D-1267 Método de prueba para presión de vapor de Licuables (LP) y gases del Petróleo (Método LP-Gas)
D-4057 Practica para el muestreo manual del petróleo y productos del petróleo.

D 4175 Terminología relacionada al petróleo, Productos del petróleo y lubricantes

D-4953 Método de prueba para la Presión de Vapor de gasolina y mezclas de gasolina-oxigenada (Método seco)

D 6377 Método de prueba para la determinación de presión de vapor en aceite crudo VPCR_x (Método de Expansión)

D 6897 Método de prueba para presión gases licuados del petróleo (LPG) (Método de Expansión)

E 1 Especificaciones ASTM para termómetros.

IP 481 Método de prueba para la determinación de presión de vapor en aire saturado en aceite crudo (ASVP)³

3. Terminología:

3.1 Definiciones:

3.1.1 Medidor de salto Bourdon, n-presión mide aparato que emplea el tubo Bourdon conectado a un indicador. *Bourdon spring gauge, n—pressure measuring device that employs a Bourdon tube connected to an indicator.*

3.1.2 Tubo Bourdon: n—allanar tubo del metal doblado a un encorvado que endereza debajo de presión interior

3.1.3 Mezcla gasolina-oxigenada, n-chispa-ignición combustible del artefacto consiste principalmente de gasolina con uno o más oxígenos.

3.1.4 oxígeno, n-Contenido de oxígeno- compuesto orgánico, tal como un alcohol o éter, que se usa como un combustible o combustible complementario
D 4175

3.1.5 Presión de Vapor Reid (*PVR*), n-resultante lectura de la presión total, corrigió por medir error, de un método de la prueba específico empírico (Método de la Prueba D 323) para medir la presión del vapor de gasolina y otro productos volátiles.
D 4175

3.2 Abreviaturas:

3.2.1 *ASVP, n—*Presión de vapor de aire saturado.

3.2.2 *LPG, n—*Gases licuados del Petróleo.

3.2.3 *MTBE, n—*metil *t*-butil ether.



3.2.4 RVP, n —Presión de Vapor Reid.

4. Resumen del método de prueba

4.1 La cámara de líquido del aparato de presión de vapor se llena con muestra fría y se conecta a la cámara de vapor que ha sido calentada en un baño a 37.8 °C (100 °F). El aparato ensamblado se sumerge en un baño a 37.8 °C (100 °F) hasta observar una presión de vapor constante. La lectura se corrige y se reporta como presión de vapor Reid.

4.2 Los cuatro procedimientos utilizan cámara de vapor y líquido del mismo tamaño o volumen interno. El procedimiento B utiliza un aparato semiautomático sumergido en un baño horizontal y con rotación (agitación) para lograr el equilibrio. Tanto un Manómetro con tubo tipo Bourdon como un Transductor de Presión pueden usarse para este procedimiento. El procedimiento C utiliza una cámara de líquido con dos válvulas abiertas. El procedimiento D requiere límites más estrictos en las relaciones de líquido y vapor en las cámaras.

5. Significado y Uso.

5.1 La presión de vapor es una propiedad física importante en los líquidos volátiles. El método determina la presión de vapor a 37.8 °C (100°F) de productos del petróleo y aceite crudo con punto inicial de ebullición arriba de 0°C (32°F).

5.2 La presión de vapor es muy importante tanto para las gasolinas automotivas como de aviación porque afecta el arranque, el calentamiento y la tendencia a vaporización cuando se trabaja a altas temperaturas o grandes altitudes. Los límites máximos de presión de vapor para gasolinas se establecen oficialmente en algunos lugares como medida para control de la contaminación del aire.

5.3 La presión de vapor del aceite crudo es importante para los productores y refinadores de crudo, respecto al manejo general y el tratamiento inicial de refinación.

5.4 La presión de vapor es usada también como una medida indirecta de la velocidad de evaporación de los solventes volátiles del petróleo.

6. Aparatos.

El aparato requerido para los procedimientos A, C, y D se describe en el Anexo A1, el aparato del procedimiento B se describe en el Anexo A2

7. Riesgos

7.1 Se pueden tener grandes errores si la determinación de presión de vapor no se realiza cuidadosamente como lo indica el procedimiento. La siguiente lista enfatiza la importancia de seguir estrictamente las precauciones dadas en el procedimiento:

7.1.1 *Checar los manómetros de presión.*- Checar todos los manómetros contra un manómetro de referencia (Ver A1.6), después de cada prueba para asegurar mayor

precisión de resultados (Ver 12.4). Leer la lectura del manómetro en posición vertical después de golpear ligeramente su tapa.

7.1.2 *Checar las fugas.* Verifique todo el aparato antes y durante cada una de las pruebas para detectar fugas de vapor o líquido (Ver Nota 5)

7.1.3 *Muestreo.*- Debido a que el muestreo inicial y el manejo de muestras puede afectar grandemente los resultados, mantenga extremas precauciones y cuidados meticulosos para evitar pérdidas por evaporación y cambios en la composición.(Ver Sección 8 y 12.1). En ninguna circunstancia utilice alguna parte del aparato Reid como recipiente de muestreo previo a una prueba.

7.1.4 *Purgado del aparato.* Purgar completamente el manómetro, la cámara de líquido y la cámara de vapor hasta asegurar que se encuentran libres de residuos de muestra. Es conveniente hacerlo al final de cada prueba y en preparación de la próxima prueba (Ver 12.5 y 15.5).

7.1.5 *Acomodamiento del aparato.*- Cuidadosamente observar las precauciones indicadas en 12.2

7.1.6 *Agitación del aparato.*-Agitar vigorosamente, como se indica, para asegurar el equilibrio.

8. Muestreo

8.1 Debido a que las medidas de presión de vapor es extremadamente sensible a las pérdidas por evaporación y cambios en la composición, se requieren extremas precauciones y cuidados meticulosos para el manejo de las muestras. Las indicaciones de esta sección para determinar la presión de vapor se aplicaran a todas las muestras, excepto cuando se especifique que la muestra tiene presión de vapor mayor de 180 kPa (26 psi), ver Sección 19.

8.2 El muestreo deberá realizarse como lo indica el método ASTM-D-4057.

8.3 *Tamaño del recipiente de muestreo.*- El tamaño del recipiente de la cual la muestra para presión de vapor es tomada, deberá ser de un litro y el llenado con muestra debe ser a un 70 a 80 % de su capacidad.

8.3.1 La precisión del método se ha determinado usando recipientes de un litro. Sin embargo, pueden usarse recipientes de otro tamaño recomendados en el método D-4057, si considera que no se afecta la precisión. En el caso de pruebas de tercera o referencia deberá usar el de un litro. Es obligatorio usar recipientes de 1L (1-qt).

8.4 La determinación de presión de vapor Reid debe ser la primera prueba que realice del contenedor de la muestra, la muestra remanente en el recipiente no puede usarse para una segunda determinación de presión de vapor. Si es necesario, obtenga una nueva muestra.

8.4.1 Proteger las muestras del calor excesivo antes de realizar la prueba.

8.4.2 Las muestras en recipientes con fugas deberán descartarse y obtener nuevas muestras.



8.5 *Temperatura durante el manejo de muestras*- En todos los casos enfriar el recipiente con muestra de 0 a 1°C (32 a 34°F) antes de abrirlo, dejando el tiempo suficiente hasta asegurar que se alcanza dicha temperatura, esto se logra midiendo directamente la temperatura de otro recipiente con un líquido igual o similar colocado dentro del baño de enfriamiento al mismo tiempo que la muestra.

9. Reporte

9.1 Reportar como Presión de Vapor Reid los resultados observados en 12.4 y 15.4 después de corregir por cualquiera diferencia entre la medida y mida la presión del aparato (Ver A1.6). con aproximación a 0.25 kPa (0.05 psi), como Presión de Vapor Reid.

10. Precisión y exactitud

10.1 Los criterios siguientes deben considerarse para la aceptación de resultados (95 % de confiabilidad).

10.1.1 *Repetibilidad*- La diferencia entre pruebas sucesivas obtenidas por el mismo operador con el mismo aparato bajo condiciones normales, constantes y correctas de operación, en materiales idénticos de prueba por este método, excederá los siguientes valores solamente un caso en veinte.

Procedimiento	Intervalo		Repetibilidad		
	kPa	psi	kPa	psi	
A gasolina	35-100	5-15	3.2	0.46	Nota 2
B gasolina	35-100	5-15	1.2	0.17	Nota 2
A	0-35	0-5	0.7	0.10	Nota 3
A	110-180	16-26	2.1	0.3	Nota 3
C	> 180	> 26	2.8	0.4	Nota 3
D Gasolina de aviación	50	7	0.7	0.1	Nota 3

10.1.2 *Reproducibilidad*- La diferencia entre dos resultados independientes, obtenidos por diferentes operadores, trabajando en diferentes laboratorios con idéntico material de prueba y siguiendo el método correctamente, excederá el siguiente valor solamente un caso en veinte.

Procedimiento	Intervalo		Reproducibilidad		
	kPa	psi	kPa	psi	
A gasolina	35-100	5-15	5.2	0.75	Nota 2
B gasolina	35-100	5-15	4.5	0.66	Nota 2
A	0-35	0-5	2.4	0.35	Nota 3
A	110-180	16-26	2.8	0.4	Nota 3
C	> 180	> 26	4.9	0.7	Nota 3
D Gasolina de aviación	50	7	1.0	0.15	Nota 3

NOTA 2 La precisión de estos valores se obtuvo en 1987 de un programa cooperativo⁴ y del seguimiento estadístico del Comité D 02 del método Estadístico RR:D02-1007

NOTA 3 La precisión de estos valores fue obtenida a principios de 1950 antes de efectuar el método de evaluación estadístico

10.2. Exactitud.

10.2.1 *Exactitud absoluta*- Debido a que no hay productos aceptables como referencia no se ha podido determinar la exactitud para este método. La exactitud entre la presión de

vapor de prueba y la verdadera presión de vapor de la muestra se desconoce.

10.2.2 *Exactitud relativa*- No hay estadísticamente diferencia significativa entre los procedimientos A y B para gasolinas como se determinó en el último programa conjunto de prueba.

PROCEDIMIENTO A PARA PRODUCTOS DEL PETROLEO CON PRESION DE VAPOR REID MENOR DE 180 kPa (26 psi)

11. Preparación para la prueba

11.1 *Verificación del llenado del recipiente de muestreo*- Cuando la muestra este a la temperatura de 0 a 1°C sacar el recipiente del baño de enfriamiento o refrigerador y secarlo con un material absorbente. Si el contenedor no es transparente, use un manómetro adecuado para verificar que el volumen de muestra se encuentra entre un 70 a 80 % de su capacidad (Ver Nota 4). Si la muestra es contenida en un recipiente transparente, verifique en forma apropiada que el contenedor se encuentra lleno a un 70 a 80 % de su capacidad (Ver Nota 4).

NOTA 4- Para contenedores no transparentes. Una forma de confirmar que el volumen es igual al 70 a 80% de la capacidad del recipiente de muestreo es usar una varilla de inmersión que haya sido previamente marcada para indicar el 70 a 80% de la capacidad del recipiente, la varilla de inmersión debe ser de un tipo de material que muestre el nivel del líquido después de ser inmerso en la muestra. Para confirmar el volumen de la muestra, inserte la varilla de inmersión de tal forma que toque el fondo del recipiente a un ángulo perpendicular, antes de sacar la varilla de inmersión. Para contenedores transparentes, use una regla marcada o por la comparación del recipiente de muestreo con un contenedor que se encuentra llenado a un 70 a 80% de su capacidad claramente marcado, el cual ha sido encontrado apropiadamente.

11.1.1 Descartar la muestra si el volumen es menor del 70 % de la capacidad del recipiente.

11.1.2 Si el volumen es mayor del 80% saque un poco de muestra hasta tener el volumen entre 70 a 80 %, en ningún caso deberá regresar la muestra al recipiente original.

11.1.3 Retire el recipiente, si se requiere, y retorne el recipiente de la muestra al baño frío.

11.2 *Saturación de la muestra en muestra con aire.*

11.2.1 *Contenedores no transparentes*- Cuando la muestra alcance la temperatura de 0 a 1 °C sacar el recipiente del baño de enfriamiento, séquelo con material absorbente, ábralo momentáneamente, teniendo cuidado que no entre agua, vuélvalo a tapar y agite vigorosamente. Regréselo al baño por 2 minutos como mínimo.

11.2.2 *Contenedores transparentes*- Desde 11.1 no se requiere abrir el contenedor para verificar la capacidad del recipiente, es necesario destapar momentáneamente antes de volver a tapar, de tal forma que las muestras en recipientes transparentes son tratados de la misma forma



que las muestras en recipientes no transparentes. Después de esto proceda con 11.2.1.

11.2.3 Repetir el paso 11.2.1 dos veces más y después regresarlo al baño hasta que empiece el procedimiento.

11.3 *Preparación de la cámara de líquido*- Sumergir completamente la cámara abierta de líquido en posición vertical y la conexión de transferencia de muestra (Ver Fig. A1.2) en el baño de 0 a 1°C (32 a 34 °F) por lo menos durante 10 minutos

1014 *Preparación de la cámara de vapor*- Después de purgar y enjuagar la cámara de vapor y el manómetro de acuerdo con 12.5, conectar el manómetro a la cámara de vapor. Sumergir la cámara de vapor por lo menos 25.4 mm (1 pulg) arriba de su tapa, en el baño de agua mantenido a 37.8°C ± 0.1°C (100 ± 0.2°F) por lo menos durante 10 minutos antes de acoplarlo a la cámara de líquido. No saque la cámara de vapor del baño hasta que se haya llenado la cámara de líquido con muestra, como se indica en 12.1.

12. Procedimiento

12.1 *Transferencia de muestra*- Sacar la muestra del baño de enfriamiento, destapar e insertar la conexión de transferencia enfriada (Ver Fig. 1). Sacar la cámara de líquido del baño de enfriamiento y colocarla en posición invertida sobre la tapa de la conexión de transferencia. Rápidamente invertir el sistema para que la cámara de líquido quede hacia arriba con la punta del tubo de transferencia aproximadamente a 6 mm (0.25 pulg) del fondo de la cámara de líquido. Llenar la cámara hasta el derrame. En adición a otras precauciones, tener cuidado para que el derrame de muestra no provoque un incendio. Quitar el tubo de transferencia de la cámara del líquido permitiendo que la cámara se llene totalmente con muestra hasta el derrame.

12.2 *Ensamble del aparato*- Inmediatamente saque del baño de agua la cámara de vapor y conéctela a la cámara llena de líquido tan rápido como sea posible sin salpicar. Cuando la cámara de vapor se saca del baño de agua, conectarla a la cámara de líquido sin movimientos bruscos que promuevan intercambio de la temperatura del ambiente con la temperatura del aire 37.8°C (100°F) en la cámara. No más de 10 segundos deberán transcurrir entre sacar la cámara de vapor del baño de agua y hacer el acoplamiento de las dos cámaras.

12.3 *Introducción del aparato en el baño*- Voltar el aparato ensamblado de arriba hacia abajo y dejar que toda la muestra de la cámara de líquido pase a la cámara de vapor. Con el aparato todavía invertido agitar vigorosamente ocho veces de arriba hacia abajo. Sumergir el aparato en posición inclinada con el manómetro hacia arriba en el baño a 37.8 ± 0.1°C (100 ± 0.2°F), de tal forma que las conexiones de las cámaras de líquido y vapor estén abajo del nivel del agua y examine cuidadosamente la presencia de fugas (Ver Nota 5). Si no se observan fugas,

sumergir más el aparato hasta al menos 25 mm (1 pulg) arriba de la cámara de vapor. Observar el aparato para detectar fugas durante la prueba y descartar la prueba en el momento que se presenten.

NOTA 5- Las fugas de líquido son más difíciles de detectar que las de vapor, porque el acoplamiento entre las cámaras está normalmente en la sección del líquido. Poner atención particular sobre esto.

12.4 *Medición de la presión de vapor*- Después de que el aparato ha permanecido en el baño de agua por lo menos durante 5 minutos, golpee ligeramente la tapa del manómetro y observe la lectura. Saque el aparato del baño y repita lo indicado en 12.3. En intervalos no menores de 2 min., golpee el manómetro observe su lectura y repita el paso 12.3 hasta un total de no menos de 5 agitaciones y observaciones en lecturas del manómetro. Continuar este procedimiento las veces que sea necesario hasta obtener dos lecturas consecutivas iguales que indiquen que se ha logrado el equilibrio. Leer la presión final en el manómetro lo más cercana a 0.25 kPa (0.05 psi) y anotar este valor como la presión de vapor sin corregir de la muestra. Desconectar para eliminar la presión de vapor del aparato (Ver Nota 6) y eliminar el líquido que está atrapado en el manómetro, checar su lectura conectándolo en línea con otro manómetro de referencia (ver A1.6) y sometiendo ambos a una presión estable y común dentro de 1.0 kPa (0.2 psi) de la presión de vapor sin corregir. Si observa diferencias entre los dos manómetros, la diferencia se suma a la presión de vapor sin corregir cuando la lectura del manómetro es más alta, o bien la diferencia se resta a la presión de vapor sin corregir cuando la lectura del manómetro es más baja. Reportar el valor corregido como la presión de vapor Reid de la muestra.

NOTA 6- El enfriamiento previo a la desconexión del manómetro facilitará el desensamble y reducirá la cantidad de vapores de hidrocarburos liberados en la cámara.

12.5 *Preparación del aparato para la prueba siguiente:*

12.5.1 Purgar completamente la cámara de vapor de muestra residual llenándola con agua caliente arriba de 32°C (90°F) y permita que drene. Repetir esta purga por lo menos cinco veces. Purgar la cámara de líquido de la misma manera. Enjuagar ambas cámaras y el tubo de transferencia varias veces con nafta del petróleo, luego con acetona y después use aire para secar. Colocar la cámara de líquido en el baño de enfriamiento o refrigerador para la prueba siguiente.

12.5.2 Si el purgado de la cámara de vapor lo realiza en un baño, asegúrese que no queden partículas de muestra flotando en forma de película en la superficie del agua.

12.5.3 *Preparación del manómetro*- Desconectar el manómetro de su tubo de conexión y elimine el líquido

entrampado en el tubo Bourdon del manómetro por centrifugaciones repetidas. Esto es de la siguiente forma: coloque el manómetro entre las palmas de las manos con la palma derecha sobre la carátula y la conexión del manómetro hacia atrás. Extienda los brazos hacia adelante y hacia atrás en un ángulo de 45°. Gire los brazos rápidamente hacia abajo haciendo un arco de 135° para que la fuerza centrífuga ayude a la gravedad a eliminar el líquido entrampado. Repetir esta operación por lo menos tres veces hasta que salga todo el líquido del manómetro. Conectar el manómetro a la cámara de vapor con la conexión de líquido cerrada y colocar en el baño a 37.8°C (100°F) para acondicionarlo para la prueba siguiente (**Precaución.**- No deje la cámara de vapor con el manómetro conectado, en el baño de agua por un periodo de tiempo mas largo que el necesario para la prueba siguiente. El vapor de agua puede condensarse en el tubo Bourdon y conducir a resultados erróneos.)

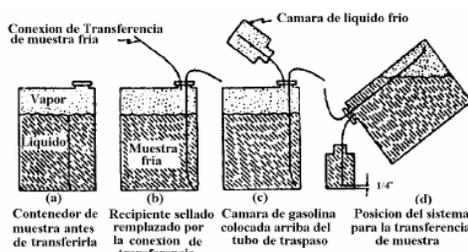


FIG. 1 Esquema simplificado del método de Transferencia de muestra del recipiente abierto a la cámara de líquido

**PROCEDIMIENTO B
PARA PRODUCTOS DEL PETROLEO CON PRESION DE
VAPOR REID MENOR DE 180 kPa (26 psi)
(BAÑO HORIZONTAL)**

13 Muestreo.

13.1 Referirse a la Sección 8.

14. Preparación para la prueba.

14.1 Referirse a la Sección 11.

15. Procedimiento.

15.1 *Transferencia de muestra*- Sacar la muestra del baño de enfriamiento, destapar e insertar el tubo de transferencia frío (Ver Fig. 1). Sacar la cámara de líquido del baño de enfriamiento y colocarla en posición invertida sobre la tapa de la conexión de transferencia. Rápidamente invertir el sistema para que la cámara de líquido quede hacia arriba con la punta del tubo de transferencia aproximadamente a 6 mm (0.25 pulg) del fondo de la cámara de líquido. Llenar la cámara hasta el derrame. (Además de otras precauciones, hacer apropiadamente para evitar contaminaciones y depositar la muestra fluidamente para evitar riesgo del fuego). Quitar el tubo de transferencia de la cámara de

líquido permitiendo que la cámara se llene totalmente con muestra hasta el derrame.

15.2 *Ensamble del aparato.* -Inmediatamente saque del baño de agua la cámara de vapor. Desconectar rápidamente el tubing en forma de espiral. Acoplar la cámara llena de líquido con la cámara de vapor tan rápido como sea posible sin salpicar y sin movimientos bruscos que promuevan intercambio de la temperatura del ambiente con la temperatura del aire en la cámara de vapor 37.8°C (100°F). No más de 10 segundos deberán transcurrir entre sacar la cámara de vapor del baño de agua y hacer el acoplamiento de las dos cámaras.

15.3 *Introducción del aparato en el baño.* Mientras mantiene el aparato en posición vertical, inmediatamente conectar el tubing tan rápido como lo desconecto. Incline el aparato de 20 a 30° hacia abajo por 4 ó 5 segundos para que la muestra fluya a la cámara de vapor sin permitir que la muestra llegue hasta el manómetro o transductor. Colocar el aparato ensamblado en el baño de agua mantenido a 37.8±0.1°C (100±0.2°F) de tal manera que el fondo de la cámara del líquido acoplado con el manómetro y el final del equipo, queden dentro del nivel de agua (use los soportes del equipo). Encienda el equipo para que empiece la rotación del equipo (cámaras ensambladas de líquido-vapor). Observe el aparato y examine la presencia de fugas durante la prueba (Ver Nota 5). Descarte la prueba en el momento que detecte alguna fuga.

15.4 *Medición de la presión de vapor*- Después de que el aparato ha estado en el baño por lo menos 5 minutos, golpee ligeramente la tapa del manómetro y observe la lectura. Repita la sacudida y observe las lecturas en el manómetro en intervalos no menores de 2 min., hasta obtener dos lecturas consecutivas iguales (los golpes ligeros al manómetro no son necesarios si se utiliza el modelo transductor de presión pero los intervalos de lectura deberán ser los mismos). Leer la presión final en el manómetro o en el transductor de presión lo mas cercana a 0.25 kPa (0.05 psi) y registrar este valor como la presión de vapor sin corregir. Sin desconectar el manómetro del aparato, conectarlo a un manómetro o transductor de presión de referencia. Checar su lectura contra la del manómetro calibrado mientras ambos son sometidos a una presión estable y común entre 1.0 kPa (0.2 psi) de la presión de vapor sin corregir. Si observa diferencias entre los dos manómetros, la diferencia se suma a la presión de vapor sin corregir cuando la lectura del manómetro calibrado es más alta o bien la diferencia se resta a la presión de vapor sin corregir cuando la lectura del manómetro es mas baja. Reporte el valor corregido como presión de vapor Reid de la muestra.

15.5 *Preparación del aparato para la prueba siguiente.*

15.5.1 Purgar completamente la cámara de vapor, llenándola con agua caliente arriba de 32°C (90°F) y permitiendo que se drene. Repetir este purgado por lo



menos 5 veces. Purgar la cámara de líquido de la misma forma. Enjuagar ambas cámaras y el tubo de transferencia varias veces con nafta del petróleo, luego con acetona y después use aire para secar. Colocar la cámara de líquido en el baño de enfriamiento en preparación para la prueba siguiente. (**Precaución.**- No deje la cámara de vapor con el manómetro conectado, en el baño de agua por un periodo de tiempo mas largo que el necesario para la prueba siguiente. El vapor de agua puede condensarse en el tubo Bourdon y conducir a resultados erróneos).

15.5.2 Si el purgado de la cámara de vapor lo realiza en un baño, asegúrese que no queden partículas de muestra flotando en forma de película en la superficie del agua.

15.5.3 *Preparación del manómetro o transductor.*- Siguiendo el procedimiento en forma correcta, el líquido no deberá llegar al manómetro o transductor. Si observa o sospecha que hay líquido en el manómetro, purgar como se indico en la sección 12.5.3. El transductor no tiene cavidad para entrapar líquido. Asegurar que no hay líquidos en las conexiones (T) o en el tubing y si lo hay purgar con un chorro de aire. Conectar el manómetro o transductor a la cámara de vapor con la conexión de líquido cerrada y colocar en el baño a 37.8°C (100°F) para acondicionarlo para la siguiente prueba.

PROCEDIMIENTO C PARA PRODUCTOS DEL PETROLEO CON UNA PRESION DE VAPOR REID ARRIBA DE 180 kPa(26 psi)

16. Introducción.

16.1 Para productos teniendo una presión de vapor arriba de 180 kPa (26 psi), (Ver Nota7), el procedimiento descrito en la Secciones 8 a 12 es peligroso e inexacto. Consecuentemente, las secciones siguientes definen los cambios en aparato y procedimiento para la determinación de presión de vapor arriba de 180 kPa. Excepto cuando se establezca específicamente, todos los requerimientos de la sección 1 a la 12 podrán aplicarse.

NOTA 7- Si es en necesario, cualquier procedimiento A o B puede usarse para la determinación de presión de vapor de productos arriba de 180 kPa.

17. Aparatos.

17.1 El aparato se describe en el Anexo A1 usando la cámara de líquido de dos aberturas.

16.2 *Calibración del manómetro de presión* - Un calibrador de pesos muertos (Ver A1.7) puede usarse en lugar del manómetro de mercurio (Ver A1.6) para checar los manómetros de presión con lecturas arriba de 180 kPa (26 psi). En 7.1.1, 9.1, 12.4 y 12.5.3, donde aparece el termino *dispositivo de medida de presión y lectura del dispositivo de medida de presión*, incluir como una alternativa *calibrador de pesos muertos* y la lectura de *manómetro calibrado* respectivamente.

18. Riesgos.

18.1 Las precauciones en 7.1.6. no aplican.

19. Muestreo.

19.1 Las secciones 8.3, 8.3.1, 8.4 y 8.5, no aplican.

19.2 *Tamaño del recipiente de muestreo.*- El tamaño del recipiente de muestreo del cual se va a tomar la muestra para presión de vapor, no debe ser menor de 0.5 L (1 pt) de capacidad.

20. Preparación para la prueba.

20.1 Secciones 11.1. y 11.2 no aplican.

20.2 Puede emplearse cualquier método confiable de desplazamiento de muestra del recipiente de muestreo que asegure que se llena la cámara de líquido, un paso de enfriado de muestra debe ser empleado. Las siguientes Secciones 20.3 a 20.5 describen el desplazamiento por presión inducida.

20.3 Mantener el recipiente de muestreo a una temperatura suficientemente alta para mantener una presión arriba de la atmosférica pero no substancialmente arriba de 37.8°C (100°F).

20.4 Sumergir completamente la cámara de líquido con ambas válvulas abiertas en el baño de agua de enfriamiento por un periodo suficiente de tiempo que permita alcanzar la temperatura del baño de 0 a 4.5 °C (32 a 40°F).

20.5 Conectar un tubo frío a la salida de la válvula del recipiente de muestreo (Ver Nota 8).

NOTA 8- Un tubo frío o serpentín puede prepararse sumergiendo una espiral de cobre de aproximadamente 8 m (25 pies) de 6.35 mm (0.25 pulg) de diámetro en una cubeta con hielo.

21. Procedimiento.

21.1. Las secciones 12.1 y 12.2 no aplican.

21.2 Conectar la válvula 6.35 mm (0.25 pulg) de la cámara de líquido al tubo enfriado en hielo. Con la válvula 12.7 mm (0.5 pulg) de la cámara de líquido cerrada abrir la válvula de salida del recipiente de muestreo y la válvula 6.35 mm (0.25 pulg) de la cámara de líquido. Abrir ligeramente la válvula 12.7 mm (0.5 pulg) de la cámara de líquido y permitir que la cámara de líquido se llene lentamente. Permitir que la muestra se llene hasta el derrame en volumen de 200 mL o mas. Controlar esta operación para que no ocurra caída de presión en la válvula 6.35 mm (0.25 pulg) de la cámara de líquido. En el orden indicado, cerrar las válvulas de la cámara de líquido 12.7 mm (0.5 pulg) y 6.35 mm (0.25 pulg) y luego cerrar todas las otras válvulas del sistema de la muestra. Desconectar la cámara de líquido y el serpentín o tubo de enfriamiento. (**Peligro-** Combustible. Mantener alejado de calor, chispas y flamas abiertas. Mantener en recipiente cerrado. Usar solamente con ventilación adecuada. Evitar prolongada respiración de vapores. Evitar el contacto prolongado y



repetido con la piel.) **(Precaución.-** En adición a otras precauciones, utilice mecanismos seguros para desecho de líquidos y escape de vapores durante esta operación.)

21.2.1 Para evitar ruptura debida al llenado completo de la cámara de líquido, la cámara de líquido deberá ser conectada rápidamente a la cámara de vapor y la válvula de 12.7 mm (0.5 pulg) estar abierta.

21.3 Inmediatamente conectar la cámara de líquido a la cámara de vapor y abrir la válvula de la cámara de líquido 12.7 mm (0.5 pulg). No deben de pasar más de 25 segundos en acoplar las dos cámaras después que se lleno la cámara de líquidos usando la secuencia de operaciones siguientes:

21.3.1 Sacar la cámara de vapor del baño de agua.

21.3.2 Conectar la cámara de vapor a la cámara de líquido.

21.3.3 Abrir la válvula de la cámara de líquido 12.7 mm (0.5 pulg).

21.4. Si usa un calibrador de pesos muertos en lugar del manómetro de mercurio (Ver 17.2) aplicar un factor de calibración en kilopascals (libras/pulgadas²) establecido para el manómetro a la presión de vapor sin corregir. Registrar este valor como la lectura del manómetro calibrado y úselo en la Sección 9 en lugar de la lectura del manómetro.

**PROCEDIMIENTO D
PARA GASOLINAS DE AVIACION
APROXIMADAMENTE DE 50 kPa (7 psi) DE PRESION DE
VAPOR REID.**

22. Introducción.

22.1 Las secciones siguientes definen los cambios en aparatos y procedimientos para la determinación de presión de vapor de gasolina de aviación. Excepto cuando se establezca específicamente aquí, todas las Secciones de 1 a 12 se aplican.

23. Aparatos.

23.1 *Relación de Vapor y Líquido en las cámaras.* La relación del volumen de la cámara de vapor al volumen de la cámara de líquido deberá estar entre los límites de 3.95 y 4.05 (Ver A1.1.4).

24. Muestreo.

24.1 Referirse a la Sección 8.

25. Preparación para la prueba.

25.1 *Checando el manómetro o transductor de presión.* El manómetro deberá chequearse a 50 kPa (7 psi) contra una columna de mercurio antes de cada medición de presión de vapor para asegurarse que esta conforme a los requerimientos de A1.2. Este chequeo preliminar es en adición a la comparación final del manómetro que se especifica en la Sección 12.4 ó 15.4.

26. Procedimiento.

26.1. Referirse a la Sección 12.

27. Claves.

27.1 Aceites Crudos, Gasolina, Presión de Vapor Reid, Chispa de ignición en los combustibles, Presión de vapor, Volatilidad.

**ANEXO
(Información Obligatoria)**

A1. APARATO PARA LA PRUEBA DE PRESION DE VAPOR, PROCEDIMIENTO A

A1.1 *Aparato para Presión de Vapor Reid*, consistiendo de dos cámaras, una cámara de vapor (sección superior) y una cámara de líquido (sección inferior) conforme a las dimensiones siguientes:

A1.1.1 *Cámara de vapor.* La sección superior de la cámara se muestra en la Figura A1.1, consiste de un recipiente cilíndrico teniendo dimensiones de 51 ± 3 mm ($2 \pm 1/8$ pulg) de diámetro y 254 ± 3 mm ($10 \pm 1/8$ pulg) de longitud con entradas en los extremos ligeramente inclinadas para permitir un fácil drenado de uno u otro lado cuando se ponga en posición vertical. Un extremo de la cámara tiene

un cople de conexión al manómetro con diámetro interno no menor de 4.7 mm ($3/16$ pulg) que permita recibir la conexión del manómetro de 6.35 mm ($1/4$ pulg). En el otro extremo de la cámara de vapor, se tiene una abertura de aprox. 12.7 mm ($1/2$ pulg) para acoplarse con la cámara de líquido. Tenga cuidado para que las conexiones a las aberturas no permitan que la cámara se drene completamente.

A1.1.2 *Cámara de líquido de una abertura.* La sección inferior o cámara de líquido, como se muestra en la Fig.A1.1, es un recipiente cilíndrico del mismo diámetro



que la cámara de vapor y con un volumen tal que la relación de volumen de la cámara de vapor al volumen de la cámara de líquido este entre 3.8 y 4.2 (Ver A1.1.3). En uno de los extremos, la cámara de líquido tiene un abertura de aproximadamente 12.7 mm (1/2 pulg) de diámetro para conectarse a la cámara de vapor. La boquilla de entrada deberá ser inclinada para permitir un drenado completo cuando sea invertida. El otro extremo de la cámara deberá estar completamente cerrado. **(Precaución.** -Para mantener la relación correcta entre volúmenes de cámara de vapor y cámara de líquido, el par de cámaras no deberá intercambiarse a menos que sean recalibradas para asegurarse que la relación de volumen se mantiene en los límites establecidos.)

A1.1.3 La relación de las cámaras de vapor y de líquido usadas para las pruebas de gasolina de aviación deberá estar entre 3.95 y 4.05

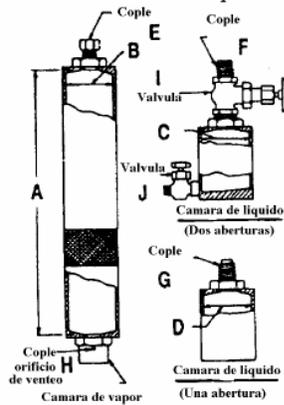
A1.1.4 *Cámara de líquidos de dos aberturas.* Para el muestreo de líquidos en recipientes cerrados, la cámara de líquidos como se muestra en la Fig A1.1, deberá ser esencialmente la misma que la cámara de líquido descrita en A1.1.2. excepto que una válvula de 6.35 mm (0.25 pulg) deberá ser conectada cerca del fondo de la cámara de líquido y una válvula de corte o paso de 12.7 mm (0.5 pulg) totalmente abierta se coloca entre el acoplamiento de las dos cámaras. El volumen de la cámara de líquido incluyendo solamente la capacidad entre las válvulas deberá cumplir totalmente con los requerimientos de A1.1.2.

A1.1.5 En la determinación de capacidades de la cámara de líquido de dos aberturas (Fig. A1.1), la capacidad de la cámara deberá considerarse abajo del cierre de la válvula 12.7 mm (0.5 pulg). El volumen arriba de la válvula cerrada 12.7 mm (0.5 pulg) incluyendo la porción del acoplamiento permanentemente conectada a la cámara de líquido deberá considerarse como parte de la capacidad de la cámara de vapor.

A1.1.6 *Método para acoplamiento de las cámaras de vapor de líquido.* Cualquier método de acoplamiento puede emplearse si permite que la muestra no tenga pérdidas de la cámara del líquido durante el acoplamiento, que no existan problemas de compresión causados por el acoplamiento y que no existan fugas bajo las condiciones de prueba. Para evitar el desplazamiento de muestra durante el acoplamiento, el acoplamiento deberá hacerse sobre la cámara de líquido. Para evitar la compresión de aire durante el ensamble, debe hacerse un venteo para asegurar presión atmosférica en la cámara de vapor en el instante de sellado. **(Precaución-** Algunos aparatos comerciales disponibles no tienen adecuada previsión para evitar los efectos de compresión del aire. Antes de emplear cualquier

aparato, verifique que el acoplamiento de las dos cámaras no comprime aire en la cámara de vapor. Esto puede ser realizado aflojando ligeramente el tapón de la cámara de líquido y acoplado el aparato de manera normal, utilizando un manómetro de 0 a 35 kPa (0 a 5 psi). Cualquiera observación de incremento de presión en el manómetro es una indicación que el aparato no es adecuado a las especificaciones de este método de prueba. Si encuentra este problema consulte al fabricante para remediarlo.

A1.1.7 *Capacidad volumétrica de las cámaras de vapor y líquido.* Para asegurar si la relación de volúmenes en las cámaras esta entre los límites especificados de 3.8 a 5.2 (Ver A1.1.3), medir cuidadosamente una cantidad de agua mayor que la que se requiere para llenar las dos cámaras. (Una bureta es un dispositivo conveniente para esta operación). Sin derramar llene completamente la cámara de



DIMENSIONES DEL EQUIPO DE PRESION DE VAPOR

Clave	Descripcion	mm	pulg
A	Longitud de la Camara de vapor	254 ± 3	10 ± 1/8
B, C, D	Camaras de vapor y gasolina, D.L. liquido	51 ± 3	2 ± 1/8
E	Cople, D.L. min	4.7	3/16
F, G	Cople, D.E.	12.7	1/2
H	Cople, D.L.	12.7	1/2
I	Valvula	12.7	1/2
J	Valvula	6.35	1/4

FIG. A.1.1 Equipo de Presion de Vapor

Líquido. La diferencia entre el volumen original y el volumen remanente de la cantidad medida de agua, es el volumen de la cámara de líquido. Sin derramar conectar la cámara de líquido con la de vapor y llenar con mas agua la cámara de vapor hasta donde esta la conexión del manómetro. La diferencia entre el volumen final del agua y el volumen después de llenar la cámara de líquido, es el volumen de la cámara de vapor.

A1.2 *Manómetros de presión.* El manómetro de presión deberá ser tipo Bourdon con resortes de buena calidad con diámetro de 100 a 150 mm (4.5 a 6.5 pulg), provisto con un conector nominal de 6.35 mm (0.25 pulg) y un



diámetro no menor de 4.7 mm (3/16 pulg) del tubo Bourdon

Tabla A1.1 Rangos y graduaciones para manómetros de presión.

Presión de Vapor Reid		Manómetro a utilizar :					
		Rango de escala		No. Máximo de intervalos.		Max. Graduación intermedia.	
kPa	psi	kPa	psi	kPa	psi	kPa	psi
<27.5	<4	0-35	0-5	5.0	1	0.5	0.1
20.0-75.0	3-12	0-100	0-15	15.0	3	0.5	0.1
70.0-180.0	10-26	0-200	0-30	25.0	5	1.0	0.2
70.0-250.0	10-36	0-300	0-45	25.0	5	1.0	0.2
200.0-375.0	30-55	0-400	0-60	50.0	10	1.5	0.25
≥350.0	≥50	0-700	0-100	50.0	10	2.5	0.5

a la atmósfera. Los rangos y graduaciones de los manómetros de presión dependerán de la presión de vapor esperada en la muestra y de acuerdo con Tabla A1.1. Solamente los manómetros precisos se usaran continuamente. Cuando las lecturas de los manómetros difieren de los manómetros de referencia o del calibrador de pesos muertos cuando trabaja muestras arriba de 180 kPa (26 lb/psi) en más del 1% del rango de la escala del manómetro, el manómetro debe considerarse inexacto. Por ejemplo la corrección de calibración no será mayor de 0.3 kPa (0.15 psi) para un manómetro de 0-30 kPa (0 a 15 psi) o bien 0.9 kPa (0.3 psi) para manómetros de 0-90 kPa (0 a 30 psi)

NOTA A1.1.- Manómetros de 90 mm (3.5 pulg) de diámetro pueden ser usados en el rango de 0 a 35 kPa (0 a 5 psi)

A1.3 Baño de enfriamiento- El baño de enfriamiento tendrá dimensiones que permitan que los recipientes de muestreo y la cámara de líquido se sumerjan completamente. Contar con mecanismos para mantener el baño a la temperatura de 0 a 1°C (32 a 34°F). No utilice CO₂ sólido para enfriar las muestras durante el almacenamiento o en la etapa de preparación del aire de saturación. El dióxido de carbono es apreciablemente soluble en la gasolina y su uso puede ocasionar errores en los datos de presión de vapor.

A1.4 Baño de agua- Un baño de agua con dimensiones que permitan que el aparato para presión de vapor se sumerja por lo menos 25.4 mm (1 pulg) arriba de la parte superior de la cámara de vapor. Provisto con mecanismos para mantener el baño a la temperatura constante de 37.8±0.1°C (100±0.2°F). Para checar esta temperatura, el termómetro del baño será sumergido hasta la marca de 37°C (98°F) durante la determinación de presión de vapor.

A1.5 Termómetro- Use el termómetro ASTM 18C (18F) para Presión de Vapor Reid teniendo un rango de 34 a 42 °C (94 a 108°F) y conforme a los requerimientos de las Especificaciones E 1.

A1.6 Dispositivo de medida de presión- Un dispositivo de medida de presión teniendo un rango conveniente, se requiere para checar los manómetros de presión debe ser empleado. El dispositivo de medición de presión debe tener un mínimo de precisión de 0.5 kPa (0.7 psi), con incrementos no mas grandes de 0.5 kPa (0.7 psi).

A1.6.1 Cuando un manómetro de mercurio no es usado como el dispositivo de medición de presión, la calibración del dispositivo de medición de presión empleado debe ser periódicamente checado (con una trazabilidad a un reconocido patrón nacional) para asegurar que el dispositivo permanezca dentro de los requerimientos de precisión especificados en A1.6.

A1.7 Calibrador o probador de pesos muertos- El calibrador de pesos muertos se usa en lugar del manómetro de mercurio (A1.6) para checar los manómetros con lecturas arriba de 180 kPa (26 psi).

A1.8 Conexión para transferencia de muestra- Es un dispositivo para sacar el líquido del recipiente de muestreo sin interferir con el espacio de vapor. El aparato consiste de dos tubos insertados en un tapón con dos orificios de dimensiones apropiadas para fijar a la abertura del recipiente de muestreo. Uno de los tubos es mas corto para ventear la muestra y el otro es mas largo para llegar hasta el fondo del recipiente. La Fig. A1.2. muestra un arreglo adecuado.



D 323-06

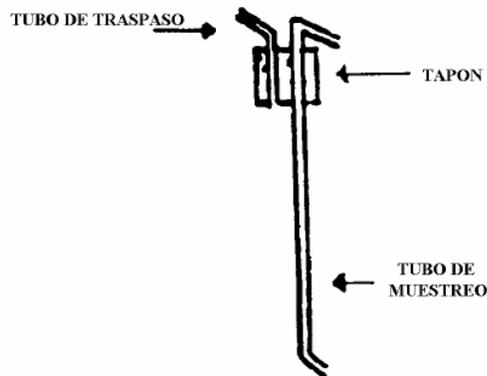


FIG. A1.2 Conexión de Transferencia de muestra

A2. APARATO PARA LA PRESION DE VAPOR PROCEDIMIENTO B

A2.1 *Aparato para Presión de Vapor Reid*- Referirse a A1.1.1, hasta A1.1.7.

A2.2 *Manómetros de presión*- El sistema para medición de presión deberá ser tipo Bourdon como se describió en A1.2. ó un transductor de presión con lectura digital. El sistema de medición de presión deberá estar montado lejos del aparato para presión de vapor y con las conexiones tipo fitting necesarias para acoplarse rápidamente.

A2.3 *Baño de enfriamiento*- (Precaución. -Para mantener la relación correcta entre volúmenes de cámara de vapor y cámara de líquido, el par de cámaras no deberá intercambiarse a menos que sean recalibradas para asegurarse que la relación de volumen se mantiene en los límites establecidos.)

A2.4 *Baño de agua*- El baño de agua tendrá dimensiones que permitan que el aparato de presión de vapor este sumergido en posición horizontal. Contará con sistema de agitación que permita la rotación del aparato en un eje de 350° en una dirección y luego 350° en dirección opuesta y en forma repetitiva. Provisto con mecanismos para mantener el baño a la temperatura constante de $37.8 \pm 0.1^\circ\text{C}$

($100 \pm 0.2^\circ\text{F}$). Para checar esta temperatura, el termómetro del baño será sumergido hasta la marca de 37°C (98°F) durante la determinación de presión de vapor. Un baño recomendado se muestra en la Fig. A2.1 y esta disponible comercialmente.

A2.5 *Termómetros*- Referirse a A1.5.

A2.6 *Dispositivo de medición de presión*- Referirse a A1.6.

A2.7 *Conector flexible*- Un cople flexible será necesario para la conexión del aparato de presión de vapor en rotación al aparato de medición de presión de vapor.

A2.8 *Tubo de la cámara de vapor*- El tubo de la cámara de vapor de 3 mm (1/4 pulg) de diámetro interno y longitud de 114 mm (4.5 pulg); será insertado en la salida de la medición de presión de la cámara de vapor para prevenir la entrada de líquido a las conexiones para medición de presión de vapor (Ver Fig. A2.2).

A2.9 *Conexión para transferencia de muestra*- Referirse a A1.8.

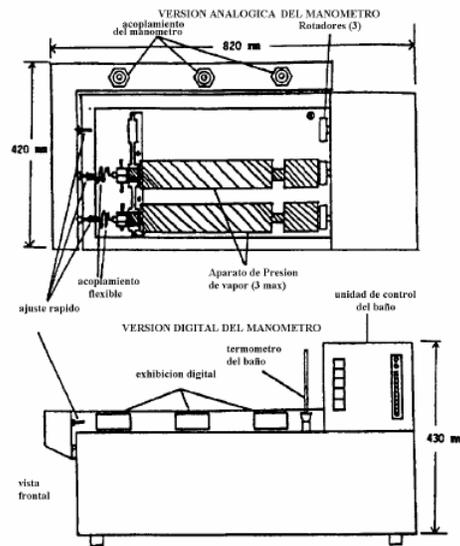


FIG. A2.1 Equipo para Presión de Vapor Reid. Procedimiento B

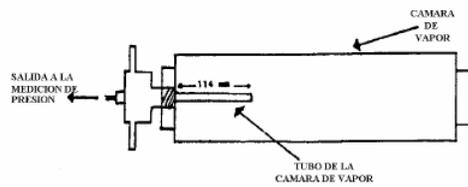


FIG. A2.2 Tubo de Cámara de Vapor insertado en la Cámara de Vapor

RESUMEN DE CAMBIOS

El comité D02.08 tiene identificado la ubicación de los cambios realizados a este estándar desde la última actualización (método ASTM D 323-99a) que pueden tener efecto en el uso de este estándar.

- (1) Revisó 1.1.
- (2) Anuló Nota 2 y reenumerar notas subsecuentes.
- (3) Agregó 1.6 y 2.2.
- (4) Agregó Terminología, Sección 3.

Nota del Traductor: Consultar lo referente a los superíndices en la Norma original

TRADUCCIÓN IMP, ZONA NORTE
 (Licencia = Instituto Mexicano Del Petróleo/3139900001)
 Julio 2007

**ANEXO E: Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025, Requisitos
generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y Calibración
(5. Métodos de ensayo y Calibración y Validación de los Métodos)**

Esta información debe estar fácilmente disponible y debe incluir la fecha en la que se confirma la autorización y/o la competencia.

5.3 INSTALACIONES Y CONDICIONES AMBIENTALES

5.3.1 Las instalaciones de ensayos y/o de calibraciones del laboratorio, incluidas, pero no en forma excluyente, las fuentes de energía, la iluminación y las condiciones ambientales, deben facilitar la realización correcta de los ensayos y/o de las calibraciones.

El laboratorio debe asegurarse de que las condiciones ambientales no invaliden los resultados ni comprometan la calidad requerida de las mediciones. Se deben tomar precauciones especiales cuando el muestreo y los ensayos y/o las calibraciones se realicen en sitios distintos de la instalación permanente del laboratorio. Los requisitos técnicos para las instalaciones y las condiciones ambientales que puedan afectar a los resultados de los ensayos y de las calibraciones deben estar documentados.

5.3.2 El laboratorio debe realizar el seguimiento, controlar y registrar las condiciones ambientales según lo requieran las especificaciones, métodos y procedimientos correspondientes, o cuando éstas puedan influir en la calidad de los resultados. Se debe prestar especial atención, por ejemplo, a la esterilidad biológica, el polvo, la interferencia electromagnética, la radiación, la humedad, el suministro eléctrico, la temperatura, y a los niveles de ruido y vibración, en función de las actividades técnicas en cuestión. Cuando las condiciones ambientales comprometan los resultados de los ensayos y/o de las calibraciones, éstos se deben interrumpir.

5.3.3 Debe haber una separación eficaz entre áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles. Se deben tomar medidas para prevenir la contaminación cruzada.

5.3.4 Se deben controlar el acceso y el uso de las áreas que afectan a la calidad de los ensayos y/o de las calibraciones. El laboratorio debe determinar la extensión del control en función de sus circunstancias particulares.

5.3.5 Se deben tomar medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio. Cuando sean necesarios se deben preparar procedimientos especiales.

5.4 MÉTODOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS

5.4.1 Generalidades

El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos y/o las calibraciones dentro de su alcance. Estos incluyen el muestreo, la manipulación, el transporte, el almacenamiento y la preparación de los ítems a ensayar y/o a calibrar y, cuando corresponda, la estimación de la incertidumbre de la medición así como técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos y/o de las calibraciones.

El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y el funcionamiento de todo el equipamiento pertinente, y para la manipulación y la preparación de los ítems a ensayar o a calibrar, o ambos, cuando la ausencia de tales instrucciones pudieran comprometer los resultados de los ensayos y/o de las calibraciones. Todas las instrucciones, normas, manuales y datos de referencia correspondientes al trabajo del laboratorio se deben mantener actualizados y deben estar fácilmente disponibles para el personal (véase el numeral 4.3). Las desviaciones respecto de los métodos de ensayo y de calibración deben ocurrir solamente si la desviación ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025 (Primera actualización)

NOTA No es necesario anexar o volver a escribir bajo la forma de procedimientos internos las normas internacionales, regionales o nacionales, u otras especificaciones reconocidas que contienen información suficiente y concisa para realizar los ensayos y/o las calibraciones, si dichas normas están redactadas de forma tal que puedan ser utilizadas, como fueron publicadas, por el personal operativo de un laboratorio. Puede ser necesario proveer documentación adicional para los pasos opcionales del método o para los detalles complementarios.

5.4.2 Selección de los métodos

El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo y/o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y/o las calibraciones que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio debe asegurarse de que utiliza la última versión vigente de la norma, a menos que no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la norma debe ser complementada con detalles adicionales para asegurar una aplicación coherente.

Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en normas internacionales, regionales o nacionales, por organizaciones técnicas reconocidas, o en libros o revistas científicas especializados, o especificados por el fabricante del equipo. También se pueden utilizar los métodos desarrollados por el laboratorio o los métodos adoptados por el laboratorio si son apropiados para el uso previsto y si han sido validados. El cliente debe ser informado del método elegido. El laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos o las calibraciones. Si el método normalizado cambia, se debe repetir la confirmación.

Si el método propuesto por el cliente se considera inapropiado o desactualizado, el laboratorio debe informárselo.

5.4.3 Métodos desarrollados por el laboratorio

La introducción de los métodos de ensayo y de calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso debe ser una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados.

Los planes deben ser actualizados a medida que avanza el desarrollo y se debe asegurar una comunicación eficaz entre todo el personal involucrado.

5.4.4 Métodos no normalizados

Cuando sea necesario utilizar métodos no normalizados, éstos deben ser acordados con el cliente y deben incluir una especificación clara de los requisitos del cliente y del objetivo del ensayo y/o de la calibración. El método desarrollado debe haber sido validado adecuadamente antes del uso.

NOTA Para los métodos de ensayo y/o de calibración nuevos es conveniente elaborar procedimientos antes de la realización de los ensayos y/o las calibraciones, los cuales deberían contener, como mínimo, la información siguiente:

- a) una identificación apropiada;
- b) el alcance;
- c) la descripción del tipo de ítem a ensayar o a calibrar;
- d) los parámetros o las magnitudes y los rangos a ser determinados;

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025 (Primera actualización)

- e) los aparatos y equipos, incluidos los requisitos técnicos de funcionamiento;
- f) los patrones de referencia y los materiales de referencia requeridos;
- g) las condiciones ambientales requeridas y cualquier período de estabilización que sea necesario.
- h) la descripción del procedimiento, incluida la siguiente información:
 - la colocación de las marcas de identificación, manipulación, transporte, almacenamiento y preparación de los ítems;
 - las verificaciones a realizar antes de comenzar el trabajo;
 - la verificación del correcto funcionamiento de los equipos y, cuando corresponda, su calibración y ajuste antes de cada uso;
 - el método de registro de las observaciones y de los resultados;
 - las medidas de seguridad a observar.
- i) los criterios y/o requisitos para la aprobación o el rechazo;
- j) los datos a ser registrados y el método de análisis y de presentación;
- k) la incertidumbre o el procedimiento para estimar la incertidumbre.

5.4.5 Validación de los métodos

5.4.5.1 La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.

5.4.5.2 El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto. La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.

NOTA 1 La validación puede incluir los procedimientos para el muestreo, la manipulación y el transporte.

NOTA 2 Es conveniente utilizar una o varias de las técnicas siguientes para la determinación del desempeño de un método:

- calibración utilizando patrones de referencia o materiales de referencia;
- comparación con resultados obtenidos con otros métodos;
- comparaciones interlaboratorios;
- evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado;
- evaluación de la incertidumbre de los resultados basada en el conocimiento científico de los principios teóricos del método y en la experiencia práctica.

NOTA 3 Cuando se introduzca algún cambio en los métodos no normalizados validados, es conveniente que se documente la influencia de dichos cambios y, si correspondiera, se realice una nueva validación.

5.4.5.3 La gama y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad y/o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra y/o del objeto de ensayo) tal como fueron fijadas para el uso previsto, deben responder a las necesidades de los clientes.

NOTA 1 La validación incluye la especificación de los requisitos, la determinación de las características de los métodos, una verificación de que los requisitos pueden satisfacerse utilizando el método, y una declaración sobre la validez.

NOTA 2 A medida que se desarrolla el método, es conveniente realizar revisiones periódicas para verificar que se siguen satisfaciendo las necesidades del cliente. Es conveniente que todo cambio en los requisitos que requiera modificaciones en el plan de desarrollo sea aprobado y autorizado.

NOTA 3 La validación es siempre un equilibrio entre los costos, los riesgos y las posibilidades técnicas. Existen muchos casos en los que la gama y la incertidumbre de los valores (por ejemplo, la exactitud, el límite de detección, la selectividad, la linealidad, la repetibilidad, la reproducibilidad, la robustez y la sensibilidad cruzada) sólo pueden ser dadas en una forma simplificada debido a la falta de información.

5.4.6 Estimación de la incertidumbre de la medición

5.4.6.1 Un laboratorio de calibración, o un laboratorio de ensayo que realiza sus propias calibraciones, debe tener y debe aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición para todas las calibraciones y todos los tipos de calibraciones.

5.4.6.2 Los laboratorios de ensayo deben tener y deben aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición. En algunos casos la naturaleza del método de ensayo puede excluir un cálculo riguroso, metrológicamente y estadísticamente válido, de la incertidumbre de medición. En estos casos el laboratorio debe, por lo menos, tratar de identificar todos los componentes de la incertidumbre y hacer una estimación razonable, y debe asegurarse de que la forma de informar el resultado no dé una impresión equivocada de la incertidumbre. Una estimación razonable se debe basar en un conocimiento del desempeño del método y en el alcance de la medición y debe hacer uso, por ejemplo, de la experiencia adquirida y de los datos de validación anteriores.

NOTA 1 El grado de rigor requerido en una estimación de la incertidumbre de la medición depende de factores tales como:

- los requisitos del método de ensayo;
- los requisitos del cliente;
- la existencia de límites estrechos en los que se basan las decisiones sobre la conformidad con una especificación.

NOTA 2 En aquellos casos en los que un método de ensayo reconocido especifique límites para los valores de las principales fuentes de incertidumbre de la medición y establezca la forma de presentación de los resultados calculados, se considera que el laboratorio ha satisfecho este requisito si sigue el método de ensayo y las instrucciones para informar de los resultados (véase el numeral 5.10).

5.4.6.3 Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos apropiados de análisis.

NOTA 1 Las fuentes que contribuyen a la incertidumbre incluyen, pero no se limitan necesariamente, a los patrones de referencia y los materiales de referencia utilizados, los métodos y equipos utilizados, las condiciones ambientales, las propiedades y la condición del ítem sometido al ensayo o la calibración, y el operador.

**ANEXO F: Reportes de resultados pruebas de corrosión en lámina de cobre
Laboratorio de crudos y derivados Universidad Nacional de Colombia sede
Medellín**

	REPORTE DE RESULTADOS	Código: FAR-001
	LABORATORIO DE CRUDOS Y DERIVADOS	Versión: 01
		Solicitud: 093

Fecha

2014	10	15
------	----	----

INFORMACIÓN DEL CLIENTE
SOLICITUD DE SERVICIO N° : 3632-01
EMPRESA: UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
SOLICITANTE: DANIEL PARRA MEDINA
DIRECCIÓN: CALLE 78 N° 71 - 53
CIUDAD: MEDELLIN

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA
PRODUCTO: DIESEL
CODIGO: NO INFORMA
FECHA DE RECEPCIÓN: 2014/10/03 aaaa/mm/dd

INFORMACIÓN DEL MUESTREO (Información suministrada por el cliente)	
LUGAR: MEDELLIN	
FECHA: 2014/10/03 aaaa/mm/dd	
HORA: 10:00 A.M.	
PUNTO: NO INFORMA	
TENDER: NO INFORMA	
RESPONSABLE: DANIEL PARRA MEDINA	REGISTRO: -----

ANALISIS	UNIDADES	NORMA	RESULTADO	ESPECIFICACION	
				MIN	MAX
CORROSION LAMINA DE COBRE, 2h a 100 °C	N/A	ASTM D 130	1,A	N/A	

CONVENCIONES:

N/A = NO APLICA
cSt = centistokes

L - C - D = LIMPIO - CLARO - BRILLANTE
SUS = Segundo Saybolt Universal

J= julio

OBSERVACIONES:

*Se prohíbe la copia, reproducción o distribución de este reporte sin la autorización por escrito del Laboratorio.
*El informe no tiene validez sin la firma del coordinador técnico

Alirio Yobany Benavides Chaves
Coordinador Técnico

Alirio Benavides Chaves
firma

Facultad de Minas (Carrera 80 # 64 - 223) Bloque M7 Of. 405 - TEL (057)(+4) 425 53 28 - FAX (057)(+4) 234 10 02
laberyde@unalmed.edu.co
Medellín - Colombia

Página 1 de 1

	REPORTE DE RESULTADOS	Código: FAR-001
	LABORATORIO DE CRUDOS Y DERIVADOS	Versión: 01
		Solicitud: 093

Fecha

2014	10	15
------	----	----

INFORMACIÓN DEL CLIENTE
SOLICITUD DE SERVICIO N° : 3632-02
EMPRESA: UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
SOLICITANTE: DANIEL PARRA MEDINA
DIRECCIÓN: CALLE 78 N° 71 - 53
CIUDAD: MEDELLIN

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA
PRODUCTO: GASOLINA CORRIENTE
CODIGO: NO INFORMA
FECHA DE RECEPCIÓN: 2014/10/03 aaaa/mm/dd

INFORMACIÓN DEL MUESTREO (Información suministrada por el cliente)
LUGAR: MEDELLIN
FECHA: 2014/10/03 aaaa/mm/dd
HORA: 10:00 A.M.
PUNTO: NO INFORMA
TENDER: NO INFORMA
RESPONSABLE: DANIEL PARRA MEDINA
REGISTRO

ANALISIS	UNIDADES	NORMA	RESULTADO	ESPECIFICACION	
				MIN	MAX
CORROSION LAMINA DE COBRE, 3h a 100 °C	N/A	ASTM D 130	1,A	N/A	

CONVENCIONES:

N/A = NO APLICA

cSt = centistokes

L - C - D = LIMPIO - CLARO - BRILLANTE

SUS = Segundo Saybolt Universal

J= julio

OBSERVACIONES:

*Se prohíbe la copia, reproducción o distribución de este reporte sin la autorización por escrito del Laboratorio.

*El informe no tiene validez sin la firma del coordinador técnico

Alirio Yobany Benavides Chaves
Coordinador Técnico

Alirio Benavides Chaves
firma

Facultad de Minas (Carrera 80 # 64 - 223) Bloque M7 Of. 405 - TEL (057)(+4) 425 53 28 - FAX (057)(+4) 234 10 02
labcryde@unalmed.edu.co
Medellin - Colombia

Página 1 de 1

	REPORTE DE RESULTADOS	Código: FAR-001
	LABORATORIO DE CRUDOS Y DERIVADOS	Versión: 01
		Solicitud: 093

Fecha

2014	10	15
------	----	----

INFORMACIÓN DEL CLIENTE
SOLICITUD DE SERVICIO N°: 3632-03
EMPRESA: UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
SOLICITANTE: DANIEL PARRA MEDINA
DIRECCIÓN: CALLE 78 N° 71 - 53
CIUDAD: MEDELLIN

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA
PRODUCTO: VARSOL
CODIGO: NO INFORMA
FECHA DE RECEPCIÓN: 2014/10/03 aaaa/mm/dd

INFORMACIÓN DEL MUESTREO (Información suministrada por el cliente)
LUGAR: MEDELLIN
FECHA: 2014/10/03 aaaa/mm/dd
HORA: 10:00 A.M.
PUNTO: NO INFORMA
TENDER: NO INFORMA
RESPONSABLE: DANIEL PARRA MEDINA
REGISTRO: -----

ANALISIS	UNIDADES	NORMA	RESULTADO	ESPECIFICACION	
				MIN	MAX
CORROSION LAMINA DE COBRE, 3h a 100 °C	N/A	ASTM D 130	1,B	N/A	

CONVENCIONES:

N/A = NO APLICA
cSt = centistokes

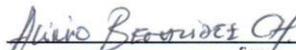
L - C - D = LIMPIO - CLARO - BRILLANTE
SUS = Segundo Saybolt Universal

J= Julio

OBSERVACIONES:

*Se prohíbe la copia, reproducción o distribución de este reporte sin la autorización por escrito del Laboratorio.
*El informe no tiene validez sin la firma del coordinador técnico

Alirio Yobany Benavides Chaves
Coordinador Técnico


firma

Facultad de Minas (Carrera 80 # 64 - 223) Bloque M7 Of. 405 - TEL (057)(+4) 425 53 28 - FAX (057)(+4) 234 10 02
laberyde@unalmed.edu.co
Medellin - Colombia

Página 1 de 1

	REPORTE DE RESULTADOS	Código: FAR-001
	LABORATORIO DE CRUDOS Y DERIVADOS	Versión: 01
		Solicitud: 093

Fecha

2014	10	15
------	----	----

INFORMACIÓN DEL CLIENTE
SOLICITUD DE SERVICIO N°: 3632-04
EMPRESA: UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
SOLICITANTE: DANIEL PARRA MEDINA
DIRECCIÓN: CALLE 78 N° 71 - 53
CIUDAD: MEDELLIN

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA
PRODUCTO: ACEITE LUBRICANTE DE TRANSMISION SAE 80W90
CODIGO: NO INFORMA
FECHA DE RECEPCIÓN: 2014/10/03 aaaa/mm/dd

INFORMACIÓN DEL MUESTREO (Información suministrada por el cliente)
LUGAR: MEDELLIN
FECHA: 2014/10/03 aaaa/mm/dd
HORA: 10:00 A.M.
PUNTO: NO INFORMA
TENDER: NO INFORMA
RESPONSABLE: DANIEL PARRA MEDINA
REGISTRO: -----

ANALISIS	UNIDADES	NORMA	RESULTADO	ESPECIFICACION	
				MIN	MAX
CORROSION LAMINA DE COBRE, 3h a 100 °C	N/A	ASTM D 130	2,A	N/A	

CONVENCIONES:

N/A = NO APLICA
cSt = centistokes

L - C - D = LIMPIO - CLARO - BRILLANTE
SUS = Segundo Saybolt Universal

J= julio

OBSERVACIONES:

*Se prohíbe la copia, reproducción o distribución de este reporte sin la autorización por escrito del Laboratorio.
*El informe no tiene validez sin la firma del coordinador técnico

Alirio Yobany Benavides Chaves
Coordinador Técnico



firma

Facultad de Minas (Carrera 80 # 64 - 223) Bloque M7 Of. 405 - TEL (057)(+4) 425 53 28 - FAX (057)(+4) 234 10 02
labcryde@unalmed.edu.co
Medellin - Colombia

Página 1 de 1

	REPORTE DE RESULTADOS	Código: FAR-001
	LABORATORIO DE CRUDOS Y DERIVADOS	Versión: 01
		Solicitud: 093

Fecha

2014	10	15
------	----	----

INFORMACIÓN DEL CLIENTE
SOLICITUD DE SERVICIO N° : 3632-05
EMPRESA: UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
SOLICITANTE: DANIEL PARRA MEDINA
DIRECCIÓN: CALLE 78 N° 71 - 53
CIUDAD: MEDELLIN

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA
PRODUCTO: ACEITE LUBRICANTE MULTIGRADO SAE 20W50
CODIGO: NO INFORMA
FECHA DE RECEPCIÓN: 2014/10/03 aaaa/mm/dd

INFORMACIÓN DEL MUESTREO (Información suministrada por el cliente)		
LUGAR: MEDELLIN		
FECHA: 2014/10/03 aaaa/mm/dd		
HORA: 10:00 A.M.		
PUNTO: NO INFORMA		
TENDER: NO INFORMA		
RESPONSABLE: DANIEL PARRA MEDINA	REGISTRO	-----

ANALISIS	UNIDADES	NORMA	RESULTADO	ESPECIFICACION	
				MIN	MAX
CORROSION LAMINA DE COBRE, 3h a 100 °C	N/A	ASTM D 130	1,B	N/A	

CONVENCIONES:

N/A = NO APLICA
cSt = centistokes

L - C - D = LIMPIO - CLARO - BRILLANTE
SUS = Segundo Saybolt Universal

J= julio

OBSERVACIONES:

*Se prohíbe la copia, reproducción o distribución de este reporte sin la autorización por escrito del Laboratorio.
*El informe no tiene validez sin la firma del coordinador técnico

Alirio Yobany Benavides Chaves
Coordinador Técnico


 firma

Facultad de Minas (Carrera 80 # 64 - 223) Bloque M7 Of. 405 - TEL (057)(+4) 425 53 28 - FAX (057)(+4) 234 10 02
labryde@unalmed.edu.co
Medellin - Colombia

Página 1 de 1

**ANEXO G: Fotografías del procedimiento y equipos para la
Determinación de Corrosividad de Productos derivados del petróleo
en Lámina de Cobre**

Baño de calentamiento



Bandeja para pulido de láminas



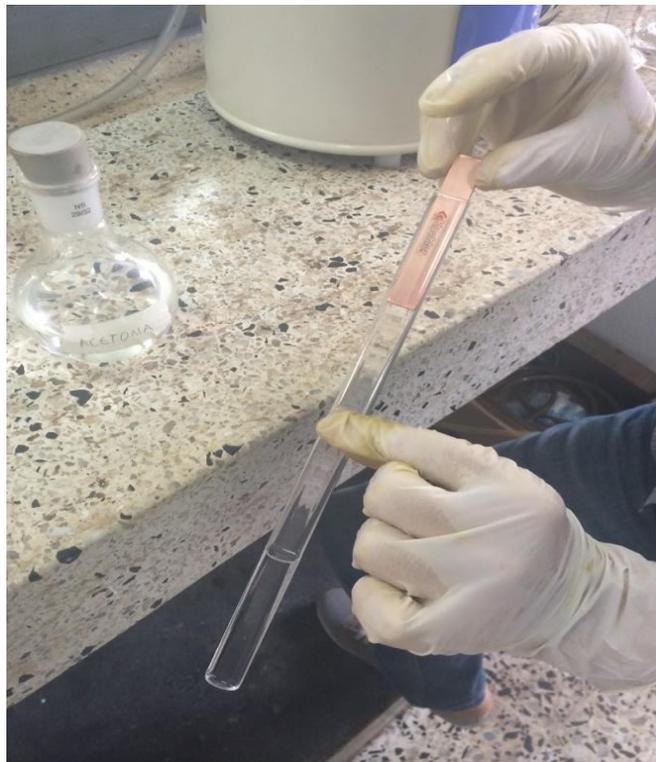
Bomba de presión para la lámina de prueba



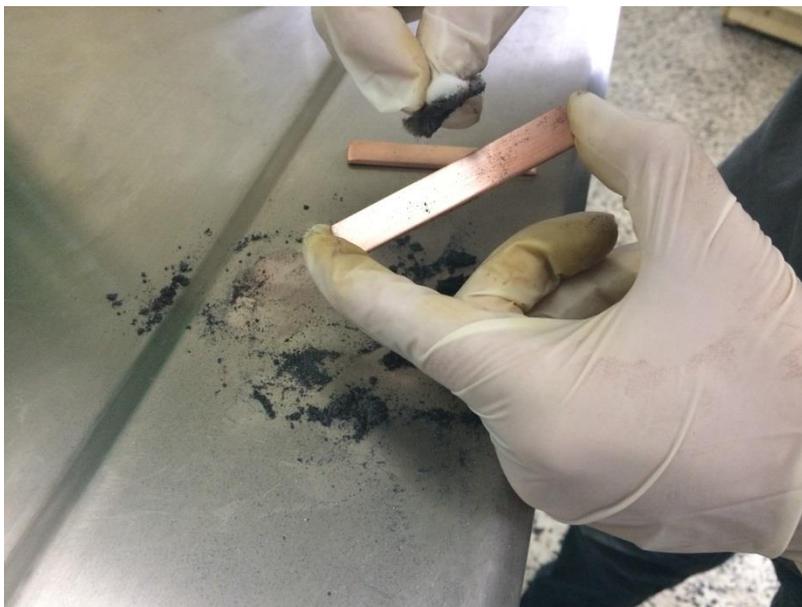
Tubos de ensayo para las láminas de prueba



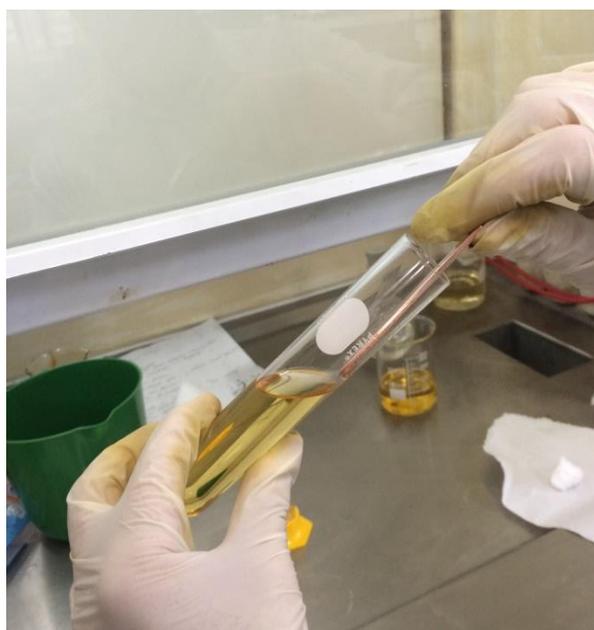
Tubos de vidrio planos para visualización de la lámina



Preparación y pulido de las láminas de prueba



Preparación de muestras



Calentamiento de muestras a temperatura de prueba



Limpeza y evaluación de las láminas de cobre

