

"Bajo presión" - Ajuste y medición automatizados de sustancias volátiles.

Relevante para: Industria petrolera, industria química - Laboratorios de pruebas, refinerías, ...

El SVM 2001 / 3001 de Anton Paar con Xsample 530 y la unidad de medición presurizada (PMU) permite desde hace tiempo una medición sencilla y fiable de la viscosidad de muestras con una elevada presión de vapor y/o un bajo punto de ebullición a temperaturas elevadas. La novedad es que el SVM 2001 / 3001 también puede ajustarse bajo presión con la ayuda del cambiador de muestras.



1 Introducción

Los aceites usados, los disolventes o las muestras de baja viscosidad con un punto de ebullición cercano a la temperatura de medición suelen contener componentes volátiles. Por esta razón, se requieren condiciones especiales de medición bajo presión.

Realizar una medición bajo presión ayuda a retener todos los componentes de la muestra y proporciona resultados fiables y repetibles. El cambiador automático de muestras Xsample 530, equipado con una unidad de medición presurizada (PMU), permite llenar el sistema de medición bajo presión y medir con éxito las muestras con componentes volátiles atrapados en condiciones selladas.

Sin embargo, las mediciones bajo presión influyen en el resultado. Las desviaciones en la viscosidad y la densidad pueden alcanzar hasta un 1 % por 1 bar, dependiendo de la muestra y la temperatura. Para reducir estas desviaciones, ahora también se puede realizar un ajuste de rango completo del SVM bajo presión (disponible a partir de la versión de software 2.98-425).

2 Ajuste de rango completo (ARC) bajo presión

Después de ajustar (bajo presión) la SVM 2001/SVM 3001 combinada con una Xsample 530 y PMU (= SVM ajustada a presión), los estándares de referencia de viscosidad utilizados para el ajuste de rango completo

fueron medidos en los mismos instrumentos. Una vez con PMU y otra sin PMU para determinar cuánto influye la presión del sistema en el resultado de la medición. La comparación de estos resultados muestra una diferencia entre los resultados obtenidos con y sin PMU de aproximadamente 0,5 % a 0,8 % en 3 sistemas de medición debido a la presión aplicada.

No en todas las situaciones de medición es necesario un ajuste de rango completo: Si se miden varias muestras en un amplio rango de temperatura, es muy recomendable el ARC bajo presión. Si sólo es necesario medir bajo presión unos pocos tipos de muestras, por ejemplo, disolventes en un estrecho rango de temperatura, pueden ser suficientes las correcciones de calibración mediante la PMU. Véase también el apartado 4.2. El gráfico 1 compara los resultados de los estándares de referencia probados en el sistema ajustado a la presión, obtenidos a partir de mediciones bajo presión y mediciones sin presión. Algunos resultados de viscosidad (lado izquierdo del gráfico) pero casi todos los resultados de densidad (lado derecho del gráfico) estaban fuera de los límites sin PMU debido al gaseado

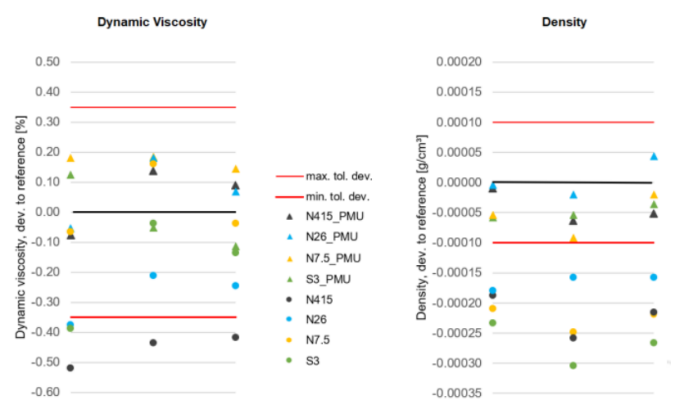


Gráfico 1: Normas de ajuste - desviaciones entre los resultados obtenidos con PMU y sin PMU

3 Muestras analizadas para este informe

Este informe muestra los resultados de los estándares de referencia de viscosidad, un alcano de bajo punto de ebullición y muestras típicas de aceite en servicio obtenidas con un SVM ajustado a la presión. Todas las muestras se midieron con y sin PMU.

Muestras	Información
AP S3, AP N7.5, AP N26, AP N415	Estándares de referencia de viscosidad y densidad utilizados para el ARC bajo presión y para la validación del ajuste.
AP N75	Estándar de referencia de viscosidad y densidad utilizado como aceite de control (no se utiliza para ARC)
n Pentano	Alcano altamente volátil
Aceites de motor usado	Aceite de un motor diésel con contenido de agua y combustible y Aceite de un motor de gasolina con fallo de motor.
Aceite de compresor usado	Dos aceites con contenido de gas del sistema de un compresor de refrigeración.

4 Medición

4.1 Configuración del equipo

Para instalar el equipo, siga las instrucciones de la documentación correspondiente.

Equipo	Información
SVM 3001	Instrumento maestro Viscosidad según ASTM D7042, densidad según ASTM D4052 Alternativamente: SVM 2001, si no se requiere la densidad según ASTM D4052
X SAMPLE 530	Cambiador automático de muestras Cargador de 35 posiciones con viales de 40 mL*
Unidad de medición presurizada (PMU)	Necesaria para realizar mediciones con una sobrepresión de 2 bar.
Delimitador de presión 2 bar (29 psi)	Se suministra con el Xsample 530. Necesario para reducir la presión del aire con seguridad a 2 bar. Suministro de aire entrante requerido: 3,5 bar a 8,0 bar (50,8 psi a 116 psi) relativos

* **Nota:** Para el ARC bajo presión se requieren viales de 40 mL. Para las mediciones de muestras también se pueden utilizar viales de 20 mL.

4.2 Calibración

Utilice únicamente un instrumento calibrado. La calibración se realizará periódicamente utilizando estándares de referencia certificados. En el caso de un SVM con ajuste de presión, realice también las calibraciones utilizando un sistema presurizado. Si utiliza un SVM sin ajuste de presión, realice al menos la calibración (corrección) bajo presión.

Para realizar la calibración y aplicar la corrección, consulte la Guía de Referencia del SVM X001.

Nota de atención: ¡Las calibraciones (correcciones) aplicadas bajo presión son válidas sólo para mediciones bajo presión!

4.3 Preparación de la muestra

Si la muestra no está recién extraída de una línea de producción u otro depósito, la homogeneización de la muestra de ensayo puede mejorar la repetibilidad de la medición.

Transfiera las muestras volátiles siempre rápidamente a la ampolla. Cierre inmediatamente el vial con el tapón de rosca.

Algunas muestras pueden beneficiarse de un enfriamiento previo antes de verterlas en el vial.

Proteja las muestras volátiles del estrés térmico. Almacénelas en condiciones estables (por ejemplo, almacenamiento atemperado, nevera) antes de extraer la muestra de ensayo.

Mientras las muestras se almacenen en viales sellados, no hay problema para preparar un lote y comenzar una lista de muestras. Debido a que se aplica una contrapresión durante todo el procedimiento de llenado y medición, no es necesario enfriar el cargador durante el tiempo de espera.

Al medir aceites usados, elimine las partículas ferromagnéticas antes de verter la muestra en el depósito.

Nota: El Xsample 530 con PMU no puede funcionar junto con el Detector de Partículas Magnético.

Para más información sobre la preparación de la muestra, consulte la Guía de referencia del SVM X001.

4.4 Llenado

Antes de realizar las mediciones, asegúrese de que todo el sistema de celdas de medición, mangueras, conectores y Xsample 530 con PMU es estanco, está limpio y seco.

Para las mediciones con PMU, el procedimiento de llenado se realiza con aire comprimido a presión. Todo el sistema se mantiene bajo una presión de 2 bares durante todo el procedimiento de medición. La muestra se llena y se vuelve a llenar con una diferencia de presión, que puede ajustarse en función de la viscosidad de la muestra y de la temperatura de medición.

Para obtener más información sobre el llenado con PMU, consulte el manual de instrucciones de la unidad de medición presurizada.

Encontrará sugerencias para los ajustes de medición con PMU en la sección 4.5. Para las mediciones sin PMU, los ajustes de llenado se adaptaron en función de la muestra.

4.5 Ajustes para SVM 3001 y Xsample 530

Ajustes de medición	SVM 3001
Ajustar clase de precisión	Ultrapreciso (para los patrones de referencia) Preciso (para las muestras analizadas)
Límite RDV [%]	0.10
Límite RDD [g/cm ³]	Por defecto: Ultrapreciso 0,0001 Preciso: 0,0002
Temperaturas [°C]	20, 40, 60, 100 según las muestras
Modo de medición	Modo de repetición
Número de repeticiones (máx.)	5
Prehumectación automática	Si

Ajustes de llenado	Xsample 530 con PMU
Suministro de aire	Alto (suministro de aire comprimido)
Comprobación automática del aire antes del llenado	Desactivado (normalmente no es necesario para la SVM)
Autocomprobación antes del llenado	Activado
Modo de llenado	Modo de presión - Controlado por sensor de alta volatilidad
Modo de sobrellenado / Sobrellenado	No disponible con PMU
Llenado por repetición [s]*	5 a 50*
Parámetros PMU [mbar]*	20 a 1000*

* El tiempo de llenado de las recargas y los diferentes valores de presión dependen del tamaño del vial, la temperatura de la cubeta y la viscosidad de la muestra. Por ejemplo, S3 a 100 °C 25 mbar / 7 s; N415 a 20 °C; 1000 mbar / 50 s.

Ajustes de limpieza	Xsample 530 con PMU
Disolventes*	Para los patrones de referencia: sólo bencina de petróleo (100/140) Para los aceites en servicio: sólo mezcla ternaria de tolueno, bencina de petróleo e IPA (40:30:30) para todas las filas de limpieza
Modo de vaciado	Hasta aprox. 15 mm ² /s: Sin vaciado A partir de aprox. 15 mm ² : Con aire comprimido hasta los residuos.

* Conecte los disolventes a los conectores de enjuague seleccionados y adapte los ajustes en consecuencia. Para la limpieza del sistema después de las mediciones con n-Pentano, no se utilizó ningún disolvente, sólo se secaron las células.

Ajustes de limpieza		
Nº de ciclos	Tiempo de secado [s]	Modo de limpieza
2	0	Volumen Alto
3	5	Turbulento
2	150	Volumen Alto

Ajustes expertos				
Limpieza fuente de presión	Tiempos de remojo	Tiempos de remojo [s]	Secado Fuente de presión	Drenaje
Alto	4	30	Alto	Activado
Alto	0	0	Alto	Activado
Alto	2	20	Alto	Activado

Consejo: Los ajustes de limpieza dependen de la temperatura y de la viscosidad de la muestra. Los ajustes indicados funcionan para una gran variedad de las muestras probadas. Para las muestras de baja viscosidad, una limpieza menos intensiva, para los disolventes sólo el secado puede ser suficiente. Adapte los ajustes de limpieza en consecuencia.

5 Resultados

El paso más difícil es obtener resultados estables y repetibles de las muestras volátiles o gaseosas. Los resultados de las mediciones se realizaron de acuerdo con la norma ASTM D7042 y muestran los valores medios de n=5 mediciones para los estándares de referencia y algunas muestras típicas. Sólo de los aceites de compresores en servicio se realizaron menos mediciones, ya que sólo se disponía de un volumen de muestra muy pequeño.

La serie de mediciones cubrió un rango de viscosidad de aproximadamente 0,32 mm²/s a 1360 mm²/s. Los resultados fueron bien repetibles y algunas de las muestras sólo se pudieron medir con el sistema presurizado.

En la tabla 1 se comparan los resultados de las muestras de aceite usados y de n-pentano obtenidos en las mediciones con y sin PMU.



SVM 3001 con Xsample 530 y PMU, cargador de 35 pos. / 40 mL

Tabla 1: Resultados de algunas muestras típicas, con indicación del valor medio y las estadísticas

Muestra	Temp [°C]	Con MPU				Sin MPU				Problemas
		Viscosidad Cinematica mm ² /s	Repetibilidad %	No de Determinacion	Clase de precisión lograda	Viscosidad Cinematica mm ² /s	Repetibilidad %	No de Determinacion	Clase de precisión lograda	
n-Pentano	20	0.3994	0.09	2 a 3	Viscosidad y Densidad Ultraprecisa	0.3997	1.31	5	Viscosidad y Densidad Ultraprecisa	Criterios de estabilidad de UP alcanzados, pero escasa
n-Pentano	40	0.3188	0.24	5	Viscosidad y Densidad Ultraprecisa	Sin Resultados	-	5	Viscosidad y Densidad Ultrarapido a Ultraprecisa	La muestra ya está en ebullición (punto de ebullición 36,1 °C). Error de tiempo de espera, RDV/RDD excedido
n-Pentano	50	0.2865	2.04	5	Viscosidad y Densidad Ultraprecisa	Sin Resultados	-	-	No medible	La muestra en ebullicion
Aceite de Motor usado con contenido de combustible y agua.	100	7.169	0.21	2 a 3	Viscosidad y Densidad precisa	7.976	20.57	5	Viscosidad Precisa Densidad varios entre Ultrarapido, rapido y precisa.	Aviso de llenado. Error de tiempo de espera. Problema principal: Formación de burbujas en la celda de densidad.
Aceite de motor usado, motor de gasolina y daños en el motor	100	7.869	0.09	2 a 3	Viscosidad y Densidad precisa	8.225	11.34	5	Viscosidad Precisa Densidad varios entre Rapido y precisa.	Aviso de llenado. Error de tiempo de espera. Problema principal: Formación de burbujas en la celda de densidad.
Aceite para compresores de refrigeración usado con contenido de gas de los sistemas. 1 *	40	32.05	-	3	Viscosidad y Densidad precisa	Sin Resultados	-	-	No medible	Gaseo severo
Aceite para compresores de refrigeración usado con contenido de gas de los sistemas. 2 *	40	84.22	-	3	Viscosidad y Densidad precisa	Sin Resultados	-	-	No medible	Gaseo severo

*No hay suficiente volumen de muestra disponible para la determinación de las estadísticas

6 Conclusión

Los resultados más precisos pueden obtenerse ahora también con la ayuda del Xsample 530 equipado con una PMU después de realizar en automático un Ajuste de Rango Completo respectivamente, calibraciones bajo presión.

Por lo tanto, se pueden eliminar las diferencias de medición que se producen cuando el ajuste y la medición no se realizan en las mismas condiciones.

No es necesario un enfriamiento adicional del cargador; las muestras llenadas en los viales herméticos (20 mL o 40 mL) y medidas bajo presión de aire comprimido no pierden componentes volátiles.

7 Literature

J. W. P. Schmelzer, "Pressure dependence of viscosity", The Journal of Chemical Physics, vol. Volume 122, no. Issue 7, 11 February 2005.

Anton Paar, „Characterize crude oils by determining their viscosity, density and API degrees“, online, Graz, accessed 01-2022
ASTM D7042

Contacto Anton Paar GmbH

Tel: +43 316 257-0 Fax: +43 316 257 257
support-visco@anton-paar.com
www.anton-paar.com