

**CALIBRACIÓN DE UN TERMOMETRO DE VIDRIO PARA EL ANALISIS DE
GRAVEDAD API EN PETROLEO CRUDO, UTILIZANDO UN MEDIO DE
COMPARACIÓN ISOTERMICO LIQUIDO**

LUIS JAVIER SERRRANO BALLESTEROS

**UNIVERSIDAD DE CARTAGENA
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
PROGRAMA DE METROLOGÍA INDUSTRIAL
CARTAGENA DE INDIAS, DT Y C
2017**

**CALIBRACIÓN DE UN TERMOMETRO DE VIDRIO PARA EL ANALISIS DE
GRAVEDAD API EN PETROLEO CRUDO, UTILIZANDO UN MEDIO DE
COMPARACIÓN ISOTERMICO LIQUIDO**

LUIS JAVIER SERRANO BALLESTEROS

**Monografía presentada como requisito de grado para optar por el título de
tecnólogo en metrología industrial**

DIRECTOR

WALDYR FONG SILVA

Ingeniero Mecánico

Director Programa de Metrología Industrial

**UNIVERSIDAD DE CARTAGENA
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
PROGRAMA DE METROLOGÍA INDUSTRIAL
CARTAGENA DE INDIAS, DT Y C
2017**

Nota de Aceptación

Presidente del Jurado

Jurado

Jurado

Cartagena, 05 mayo de 2017

DEDICATORIA

Quiero dedicar este trabajo a Dios, ya que gracias a él y a todas las bendiciones que derramo sobre mi pude lograr culminar esta etapa importante en mi vida personal y profesional. Si Dios no fuese escuchado mis oraciones y suplicas esto tal vez no hubiese sido posible.

A mi señora Madre Daisy especialmente, primero por traerme a este mundo y segundo por ser esa mujer incondicional que siempre me ha llenado de amor y alegría, además de no negarme nada y siempre dar lo mejor de ella para que yo sea feliz.

A mi señor Padre Javier y a mi Hermano Darío por hacer parte de mi vida y siempre apoyarme en esta etapa, y dar lo mejor de ellos para que siempre caminara por senderos de luz.

A ese ser incondicional que era otro padre para mí, y que partió de este mundo para siempre. Papi abuelo sé que desde allá arriba donde te encuentras en el otro mundo donde descansas en paz me vigilas y se por lo que me demostraste en vida que observabas el mundo a través de mis ojos. Gracias por todos esos consejos que me regalabas, además de nunca haberme negado nada. Te Amo.

A mi familia por ser ese centro de energía que me motiva a cada día ser mejor.

A mis amigos que han estado presentes desde mis primeros años de escuela hasta hoy en día, apoyándome en todo momento.

A mi novia por siempre estar a mi lado colaborándome y brindándome su amor sincero.

*Basta un poco de espíritu aventurero para estar siempre satisfechos pues en esta vida, gracias a Dios, nada sucede como deseábamos, como suponíamos, ni como teníamos previsto. **Noel Clarasó***

AGRADECIMIENTOS

El autor expresa su más sincero agradecimiento a:

A Dios por darme la vida, fuerza y salud para culminar este proceso.

A Mi Alma Mater, la gloriosa Universidad de Cartagena por haberme formado académicamente.

A todos los maestros que compartieron todo su conocimiento conmigo y su más sincero deseo de enseñanza.

Al Señor director del Programa de Metrología, Ing. Waldyr Fong por toda su inmensa colaboración en este proceso.

A mi señora Madre Daisy por ser esa luz en este proceso.

A mis amigos por ser esa gran ayuda en esta etapa.

A mi novia por siempre estar ahí colaborándome en este proceso y brindándome apoyo.

*"Se sufre se goza y se vive feliz, ahí ratos alegres y otros llenos de agonía y muchas veces triste, y así la gente dice que todo es alegría". **Emiliano Zuleta***

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCION	13
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	16
DESCRIPCION DEL PROBLEMA	16
FORMULACION DEL PROBLEMA	17
OBJETIVOS	18
OBJETIVO GENERAL	18
OBJETIVOS ESPECIFICOS	18
1. CAPITULO	19
CONCEPTOS FUNDAMENTALES DE METROLOGÍA	
1.1 Mensurando:	19
1.2 Medición	19
1.3 Instrumento de medida:	19
1.4 Magnitud:	19
1.5 Unidad de medida:	19
1.6 Patrón de medida:	19
1.7 Calibración:	19
1.8 Verificación:	19
1.9 Incertidumbre de medida:	19
1.10 Error de medida:	19
1.11 Trazabilidad	20
1.12 Puntos de calibración:	20

2. CAPITULO	21
EL PETRÓLEO CRUDO Y LA GRAVEDAD API	
2.1 CONCEPTOS FUNDAMENTALES DEL ANÁLISIS DE GRAVEDAD API	22
2.1.1 Gravedad específica:	22
2.1.2 Gravedad api:	22
2.1.3 Densidad:	22
2.1.4 Densidad relativa:	22
2.1.5 Peso específico:	22
2.1.6 Api (American Petroleum Institute):	22
2.2 ANÁLISIS DE GRAVEDAD API BAJO LA NORMA ASTM D1298-12b.....	23
2.3 EQUIPOS PARA LA REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS	24
2.3.1 Hidrómetros de vidrio:	24
2.3.2 Termómetros de vidrio:	24
2.3.3 Cilindro o Probeta.....	25
2.3.4 Baño constante de T:	26
2.3.5 Varilla de agitación:	27
2.4 PREPARACION DE LA MUESTRA PARA LA REALIZACIÓN DE LA PRUEBA.....	28
2.5 PROCEDIMIENTO PARA LA REALIZACIÓN PRUEBA	28
2.6 OBSERVANCIA DE LA GRAVEDAD API	30
2.7 CALCULOS Y REPORTES	32
2.8 IMPORTANCIA DE LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO Y SU RELACIÓN CON LA DETERMINACIÓN DE LOS GRADOS API DEL PETRÓLEO CRUDO.....	32
3. CAPITULO	35
CONCEPTOS FUNDAMENTALES DE TERMOMETRIA	
3.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DE UN TERMOMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO	36
3.2 TIPOS DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO	38

3.2.1	Termómetros de inmersión total:	38
3.2.2	Termómetros de inmersión parcial:	38
3.2.3	Termómetros de inmersión completa:	38
3.3	MATERIALES DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO	39
4.	CAPITULO	40
	MEDIOS DE COMPARACION ISOTERMICOS LIQUIDOS	
4.1	MEDIOS LÍQUIDOS	40
4.2	CARACTERIZACIÓN DE UN MEDIO ISOTÉRMICO LIQUIDO	42
4.3	CALIFICACIÓN DE UN MEDIO ISOTÉRMICO	42
4.4	CARACTERÍSTICAS DE LOS MEDIOS ISOTÉRMICOS. (HOMOGENEIDAD, ESTABILIDAD E INERCIA)	42
5.	CAPITULO	44
	CALIBRACIÓN DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO	
5.1	EQUIPOS Y MATERIALES NECESARIOS PARA LA CALIBRACIÓN	45
5.1.1	Termómetros Patrón:	45
5.1.2	Medio isotérmico:	45
5.1.3	Sistema óptico de lectura:	45
5.1.4	Registadores de las condiciones ambientales:	46
5.1.5	Elementos de sujeción de sensores y termómetros	46
5.1.6	Líquidos para los baños:	46
5.2	DOCUMENTACIÓN NECESARIA PARA LA CALIBRACIÓN	46
5.2.1	Formatos de medición:	46
5.2.2	Tablas de conversión:	46
5.2.3	Trazabilidad de patrones	46
5.2.4	Manuales de operación	46
5.3	RECONOCIMIENTO DE LAS CARACTERISTICAS DEL TERMOMETRO A CALIBRAR	47
5.4	OPERACIONES PREVIAS A LA CALIBRACIÓN	47

5.5 SECUENCIA DE LAS OPERACIONES PARA LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO	49
5.6 PROCESO CALIBRACIÓN	50
5.8 PROCESO DE MEDICIÓN DURANTE LA CALIBRACIÓN	52
5.9 TRATAMIENTO DE DATOS Y CALCULO DE ERRORES	54
5.10 USO DE LOS TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO EN LA REALIZACIÓN DE ANÁLISIS AL PETRÓLEO CRUDO PARA CARACTERIZAR SUS PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS.	57
5.11 IMPORTANCIA DE REALIZAR LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO BAJO LA NORMA ASTM E77-14.	59
5.12 CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO EN LABORATORIOS DE METROLOGÍA ACREDITADOS Y NO ACREDITADOS...60	60
5.13 CALIBRACIÓN DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO DE REFERENCIA ASTM 12F.	61
CONCLUSIÓN.....	68
RECOMENDACIONES.....	70
BIBLIOGRAFÍA	72
CIBERGRAFIA.....	73
ANEXOS.....	74

LISTA DE TABLAS

	Pag
Tabla 1. Tipos de crudo según su gravedad API	19
Tabla 2. Reporte del API	29
Tabla 3. Tipos de líquidos termométricos	36
Tabla 4. Registro de lecturas	54
Tabla 5. Registro de figuras	64

LISTA DE FIGURAS

	Pag
Figura 1. Hidrómetros	21
Figura 2. Termómetros	22
Figura 3. Probeta	23
Figura 4. Baño de temperatura constante	24
Figura 5. Varilla de agitación	24
Figura 6. Lectura de la escala del hidrómetro par líquidos transparentes	27
Figura 7. Lectura de la escala del hidrómetro par líquidos opacos	28
Figura 8. Termómetro de liquido	33
Figura 9. Termómetro de líquido y sus partes	34
Figura 10. Tipos de termómetros de líquido en vidrio	35
Figura 11. Baño isotérmico liquido	39
Figura 12. Ciclo típico de un medio isotérmico	41
Figura 13. Ubicación de los instrumentos patrones y el instrumento bajo prueba en el medio isotérmico para la calibración	50
Figura 14. Toma de lecturas durante el proceso de calibración	51
Figura 15. Ejemplo de montaje de la calibración	62
Figura 16. Ciclo de medición durante el proceso calibración	63

LISTA DE ANEXOS

	Pag
Anexo A. PROCEDIMIENTO TH-004 PARA LA CALIBRACIÓN POR COMPARACIÓN DE TERMÓMETROS DE COLUMNA DELÍQUIDO.	61

INTRODUCCION

El desarrollo tecnológico contribuye a que el mundo se vuelva más competitivo día a día, por esta razón se van desarrollando estudios y métodos que aseguren la calidad de los productos, materias primas, la confiabilidad de los métodos y análisis. La calidad de los productos, materias primas, la confiabilidad de los métodos y análisis es garantizada por medio de diversas ciencias. La metrología es una de estas ciencias que a través de sus estudios permite desarrollar o aplicar métodos a productos, materias primas y procesos que garanticen que un producto o análisis es totalmente confiable y conforme con las necesidades normativas y del cliente.

Actualmente el desarrollo tecnológico a aumentando de manera considerable las necesidades energéticas del mundo moderno, lo cual conlleva a buscar fuentes de energía que satisfagan esas necesidades. Las fuentes de energía que son tomadas como alternativas de solución a la demanda energética del mundo moderno, la gran mayoría de veces son fuentes de energía provenientes a partir de combustibles fósiles, ya que estos se encuentran en abundancia en la naturaleza y su forma de obtención es relativamente económica y sencilla.

El petróleo es uno de las cuatro fuentes de energía fósil que podemos encontrar en la naturaleza. Este es una mezcla de compuestos orgánicos constituidos principalmente por carbono e hidrogeno encontrado en la naturaleza en estado líquido, gaseoso o sólido. El petróleo crudo está conformado por una gran cantidad de hidrocarburos en diferentes proporciones que caracterizan su origen. La composición general de un crudo se puede definir por su contenido de hidrocarburos saturados, alcanos normales, isoálcanos, ciclo alcanos, hidrocarburos aromáticos, aromáticos puros, resinas, asfáltenos entre otros. Este combustible fósil por su composición permite obtener de él una gran variedad de materias primas que al ser procesadas o transformadas generan productos que de una u otra forma satisfacen las necesidades energéticas del mundo.

El petróleo crudo desde el momento de la extracción, pasando por el transporte y antes de ser refinado o destinado para algún propósito es evaluado por medio de análisis y métodos normalizados donde se miden y se caracterizan sus propiedades fisicoquímicas tales como la composición total y la gravedad API entre otros. La medición y caracterización de estas propiedades es realizada a través de análisis y métodos como la destilación, gravedad API, cromatografía de gases y líquidos, absorción atómica, punto de inflamación y congelación. La gravedad API es un análisis de gran importancia que se le realiza al petróleo crudo, esta propiedad física es un factor que determina la calidad de los crudos y permite

estimar una valoración comercial al petróleo, además es conocida por su gran importancia en la planificación y desarrollo de los campos petroleros.

Para la realización del análisis de gravedad API se emplean elementos e instrumentos de medición que permiten medir y caracterizar el crudo a partir de la obtención de los °API. El adecuado mantenimiento y calibración de los instrumentos de medición que se utilizan para determinar los °API en el petróleo crudo desempeñan un papel fundamental para conocer de manera exacta y con alta precisión el valor de esta propiedad física. Los instrumentos usados para medir esa propiedad son los llamados Hidrómetros, estos instrumentos de medición están fabricados en vidrio y constan de una escala graduada en unidades de API. El análisis y medición de la gravedad API es regulado por entidades internacionales que desarrollan métodos estandarizados de medición y análisis, en nuestro continente el ente más representativo y confiable es la Asociación Americana de Ensayo de Materiales ASTM, quien de acuerdo a las necesidades del mercado y la industria petrolera emitió una norma para la determinación de la gravedad API que es la D1298-12b.

La realización del análisis de gravedad API emplea el uso de un termómetro de líquido en vidrio, el cual permite obtener el valor de la temperatura en grados Fahrenheit °F de la muestra que se está analizando, los termómetros que generalmente se usan en este tipo de análisis son los 12F de referencia ASTM. Este instrumento de medición es uno de los equipos que merece atención especial y un cuidado adecuado en cuanto a términos de calibración, debido a que pequeñas variaciones en la temperatura e imprecisiones en la medición puede hacer incurrir en la lectura de datos erróneos o no exactos, que como consecuencia pueden conllevar a tomar decisiones equivocadas reflejándose estas en términos económicos, lo que afectaría el desarrollo de yacimientos petrolíferos, compañías petroleras, el procesamiento del petróleo y por último la satisfacción de las necesidades energéticas del mundo moderno.

La temperatura es la variable física que mide la cantidad de calor presente en un cuerpo, esta variable física es una de las más difíciles de controlar, para su medición y monitoreo se emplean diversos principios físicos tales como el aumento de la columna de líquido en un tubo capilar, la variación de resistencia, generación de una f.e.m entre otros. Estos principios son aplicados a instrumentos de medición que se emplean en diversos análisis, pruebas y procesos industriales.

La relación entre la temperatura y la gravedad API radica en que una muestra líquida al aumentar su temperatura aumenta su volumen y su masa permanece constante, lo cual afectaría directamente la densidad de la muestra líquida que se está analizando. Esto generaría una variación en la gravedad específica de la muestra líquida que se está analizando, y al momento de calcular la gravedad API de la muestra esta no será la correcta. Por esta razón es que se debe tener en

óptimas condiciones de calibración el instrumento de medición de temperatura utilizado en el análisis de gravedad API, ya que si este no está debidamente calibrado las lecturas de temperatura no serán las reales, afectando el valor final de la gravedad API.

De acuerdo con lo anterior el presente trabajo pretende mostrar de manera detallada y actualizada la importancia de la calibración del instrumento de medición de temperatura que se utiliza en el análisis de gravedad API en el petróleo crudo, puesto que no hay un documento que exprese el papel fundamental que desempeña la medición de temperatura en el análisis de gravedad API, y a su vez la importancia que tiene este análisis en la industria petrolera. Para esto se desarrollarán unos pasos fundamentales en la calibración del termómetro de líquido en vidrio.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

DESCRIPCION DEL PROBLEMA

El petróleo crudo antes de ser procesado o utilizado para algún fin específico es sometido a una serie de análisis con el fin de determinar sus características fisicoquímicas. El conocimiento y estudio de esas características fisicoquímicas permite determinar de manera adecuada la calidad del crudo y para que debe ser destinado.

Muchas veces los análisis se basan en mediciones que dependen en ciertos aspectos de la lectura de un instrumento de medición. Para el caso nos centraremos en un análisis que se le realiza al petróleo crudo denominado API, el cual depende su resultado final de la medición de una variable física que es la temperatura, a través de un instrumento de medición el cual es un termómetro de vidrio.

Este análisis su resultado final depende de la exactitud y precisión con la que se mide la temperatura de la muestra de petróleo crudo que se está analizando. El resultado final de este análisis se determina partiendo de una corrección por temperatura en las tablas "PetroleumMeasurementTables" del Instituto Americano del Petróleo. Para esto se requiere necesariamente que el instrumento de medición con el que se mide la temperatura, que para el caso es un termómetro de vidrio esté debidamente calibrado y certificado para que así la medición de esta variable física sea confiable y trazable a los estándares internacionales. Por lo anterior es muy importante tener en cuenta el proceso de calibración del termómetro de vidrio, ya que este proceso determinara que tan exacto o preciso es la indicación de la temperatura monitoreada respecto a un patrón confiable y trazable, y de esta forma garantizar la confiabilidad del resultado final del análisis.

FORMULACION DEL PROBLEMA

¿Cuál es la importancia del termómetro de líquido en vidrio y su calibración, para la caracterización de las propiedades físicas y químicas del petróleo crudo mediante la realización del análisis de gravedad API ?

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Determinar la importancia del termómetro de vidrio y su calibración para la realización del análisis de gravedad api en petróleo crudo.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Identificar qué factores inciden en la calibración del termómetro de vidrio utilizando un medio de comparación isotérmico líquido.
- Describir las etapas del proceso de calibración del termómetro de vidrio utilizando un medio de comparación isotérmico líquido.

1. CAPITULO

CONCEPTOS FUNDAMENTALES DE METROLOGÍA

1.1 MENSURANDO: Magnitud que se desea medir, en este caso el mensurando será la temperatura.

1.2 MEDICIÓN: Proceso que consiste en obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud.

1.3 INSTRUMENTO DE MEDIDA: Dispositivo utilizado para realizar mediciones, solo o asociado a uno o varios dispositivos suplementarios.

1.4 MAGNITUD: Propiedad de un fenómeno, cuerpo o sustancia, que puede expresarse cuantitativamente mediante un número y una referencia

1.5 UNIDAD DE MEDIDA: Magnitud escalar real, definida y adoptada por convenio, con la que se puede comparar cualquier otra magnitud de la misma naturaleza para expresar la relación entre ambas mediante un número.

1.6 PATRÓN DE MEDIDA: Realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada tomada como referencia.

1.7 CALIBRACIÓN: Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

1.8 VERIFICACIÓN: Aportación de evidencia objetiva de que un elemento dado satisface los requisitos especificados.

1.9 INCERTIDUMBRE DE MEDIDA: Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

1.10 ERROR DE MEDIDA: Diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia.

1.11 TRAZABILIDAD: Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.

1.12 PUNTOS DE CALIBRACIÓN: Son las temperaturas a las que se determinan las correcciones sobre la escala del termómetro.

2. CAPITULO

EL PETRÓLEO CRUDO Y LA GRAVEDAD API

La manera de identificar y conocer los hidrocarburos es mediante el análisis y pruebas de las propiedades fisicoquímicas, las cuales por medio de los resultados obtenidos permiten caracterizar el producto o muestra. Algunas de las propiedades fisicoquímicas que permiten identificar el petróleo crudo son: la densidad, la gravedad específica y la gravedad API, las cuales denotan la fluidez de los crudos.

El petróleo crudo es una mezcla de muchos hidrocarburos que varían de tipo, peso molecular y punto de ebullición; su mérito consiste en los muchos productos que de él se pueden obtener en una refinería. El crudo se clasifica, según la escala adoptada por el Instituto Americano de Petróleo (API), de acuerdo a sus °API en: condensados, liviano, mediano, pesado, extra pesado. Los °API se determinan a partir de la densidad del crudo, existen diferentes métodos de determinarlos. Para la ocasión se estudiará el método del hidrómetro utilizando un termómetro de líquido en vidrio como instrumento de medición de temperatura y su importancia en este análisis.

Este método está basado en el principio de que la gravedad de un líquido varía directamente con la profundidad de inmersión de un cuerpo flotante en el mismo, este cuerpo flotante está graduado en unidades API y se denomina Hidrómetro API. La gravedad API se lee observando la graduación más cercana a la intersección aparente del plano horizontal de la superficie del líquido con la escala vertical del hidrómetro. Las gravedades se determinan a 60 ° F o se convierten a valores a 60 °F por aplicación de tablas estándar. La gravedad API es una medida de densidad que describe que tan pesado o liviano es el petróleo comparándolo con el agua. Si los grados API son mayores a 10, es más liviano que el agua, y por lo tanto flotaría en esta. La gravedad API es también usada para comparar densidades de fracciones extraídas del petróleo.

En esta escala, cuanto más ligero es un petróleo, mayor es su gravedad API y cuanto más pesado, menor será su valor. Como referencia, el agua tiene una gravedad específica de 10 °API.

Tabla 1. Tipos de crudo según su gravedad API.

TIPO DE CRUDO	Gravedad api	Densidad (Kg/m^3)
Liviano	31,1 °API y mas	< 870
Mediano	Entre 22,3 y 31,1 °API	920 – 870
Pesado	Entre 10 y 22,3 °API	1000 -920
Extra pesado	Menos a 10 °API	> 1000

Fuente: Tomado de Guzmán 2010

2.1 CONCEPTOS FUNDAMENTALES DEL ANÁLISIS DE GRAVEDAD API

2.1.1 Gravedad específica: Es la relación existente entre la densidad absoluta de una sustancia y la densidad de una sustancia de referencia, donde esta última para el caso de los líquidos es el agua y para los gases es el aire.

2.1.2 Gravedad api: Denota la relación correspondiente de peso específico y de la fluidez de los crudos con respecto al agua.

2.1.3 Densidad: Es la relación existente entre la masa de un cuerpo o una sustancia y su volumen, es decir, la masa contenida en la unidad de volumen del mismo.

2.1.4 Densidad relativa: Es la relación entre el peso específico del cuerpo y el peso específico de la sustancia de referencia.

2.1.5 Peso específico: Es la relación que existe entre el peso y el volumen que ocupa una sustancia ya sea en estado sólido, líquido o gaseoso.

2.1.6 Api (American Petroleum Institute): Escala arbitraria de la lectura de la gravedad específica (densidad relativa), usada en la industria petrolera y que tiene como base la densidad del agua (10° API). La gravedad en °API es la equivalente a densidad y se usa en la industria petrolera mundial. La gravedad específica del agua es 1 y en °API es 10.

2.2 ANÁLISIS DE GRAVEDAD API BAJO LA NORMA ASTM D1298-12B

Este método cubre la determinación en el laboratorio utilizando un hidrómetro de vidrio de la densidad, densidad relativa (gravedad específica) o gravedad API del petróleo crudo, productos del petróleo o mezclas de productos derivados del petróleo y no derivados del petróleo manejados normalmente en forma de líquidos.

La gravedad API es una función especial de la densidad relativa (gravedad específica) 60/60 °F representada por:

$$^{\circ} \text{API} = 141.5 / (\text{sp gr } 60/60^{\circ}\text{F}) - 131.5$$

Donde $\text{sp gr } 60/60^{\circ}\text{F}$ = gravedad específica 60/60 °F.

La muestra se lleva a una temperatura T especificada y una porción se transfiere a una probeta, luego se sumerge en ella un hidrómetro con la escala apropiada y se espera a que alcancen el equilibrio en su T, se lee en la escala del hidrómetro el API observado y se toma la T de la muestra. La lectura del hidrómetro observada se reduce a la T de referencia por medio de las tablas de medición de petróleo. Si es necesario se usa un baño de T constante para evitar variaciones de T muy altas.

La aplicación de este análisis se emplea para la determinación precisa de la densidad, densidad relativa (gravedad específica), o gravedad API del petróleo o sus derivados. La realización de este análisis es necesario para la conversión de los volúmenes medios a volúmenes en las temperaturas de referencia estándar de 15°C o 60°F durante la transferencia en custodia. La Densidad, densidad relativa (gravedad específica) o gravedad API es un factor determinante de la calidad y el precio del petróleo crudo. Sin embargo, esta característica del petróleo es una incierta indicación de su calidad a menos correlacionada con otras propiedades. La densidad es un indicador importante de la calidad para la industria automotriz, aviación y los combustibles marinos, donde afecta el almacenamiento, la manipulación y la combustión.

2.3 EQUIPOS PARA LA REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

2.3.1 Hidrómetros de vidrio: Graduados en unidades de API conforme a las especificaciones E 100 en el rango de (- 1 a + 101) con 12 unidades con intervalos de 0,1. Los más utilizados son los ASTM H.

Figura 2. Hidrómetros.



Fuente: www.google.com.co/search?q=hidr%C3%B3metro+de+vidrio+astm

2.3.2 Termómetros de vidrio: Con rango, escala máxima de error y graduados conforme a las especificaciones E 1. El más común utilizado es el ASTM 12F (con rango de -5 a + 215) y graduación de 0.5 °F. Otros dispositivos para medir la T alternos se pueden utilizar, pero que la incertidumbre del sistema calibrado o la del termómetro calibrado diferente al termómetro de vidrio, no sea mayor que cuando se utilice un termómetro de líquido en tubo de vidrio.

Figura 2. Termómetros.



Fuente: www.google.com.co/search?q=astm+12f

2.3.3 Cilindro o Probeta: De vidrio o plástico transparente o de metal, el diámetro interior de la probeta será de al menos 2.5 cm mayor que el diámetro exterior del hidrómetro y la altura deberá ser tal que el hidrómetro flote libremente y que la distancia entre la punta inferior del hidrómetro y el fondo de la probeta sea como mínimo de 2.5 cm.

Figura 3. Probeta.



Fuente: www.google.com.co/search?q=cilindro+o+probeta

2.3.4 Baño constante de T: Si se requiere, con dimensiones tal que pueda alojar a la probeta con el hidrómetro y que la porción de muestra quede debajo del nivel del líquido termostático y un sistema de control de T capaz de controlar la T del baño dentro de 0.25 °C durante la duración de la prueba.

Figura 4. Baño de temperatura constante.



Fuente: www.google.com.co/search?q=ba%C3%B1o+de+temperatura+constante

2.3.5 Varilla de agitación: Es opcional, de vidrio o de plástico de 400 mm aproximadamente.

Figura 5. Varilla de agitación.



Fuente: www.google.com.co/search?q=varilla+de+agitacion

2.4 PREPARACION DE LA MUESTRA PARA LA REALIZACIÓN DE LA PRUEBA

- Identificar la muestra
- Seleccionar un hidrómetro de acuerdo a la gravedad API esperada
- Seleccionar un termómetro ASTM apropiado
- Ajustar la temperatura de la muestra para la prueba consultando las condiciones límites y temperatura de prueba especificadas. Si es necesario use el baño de temperatura.

2.5 PROCEDIMIENTO PARA LA REALIZACIÓN PRUEBA

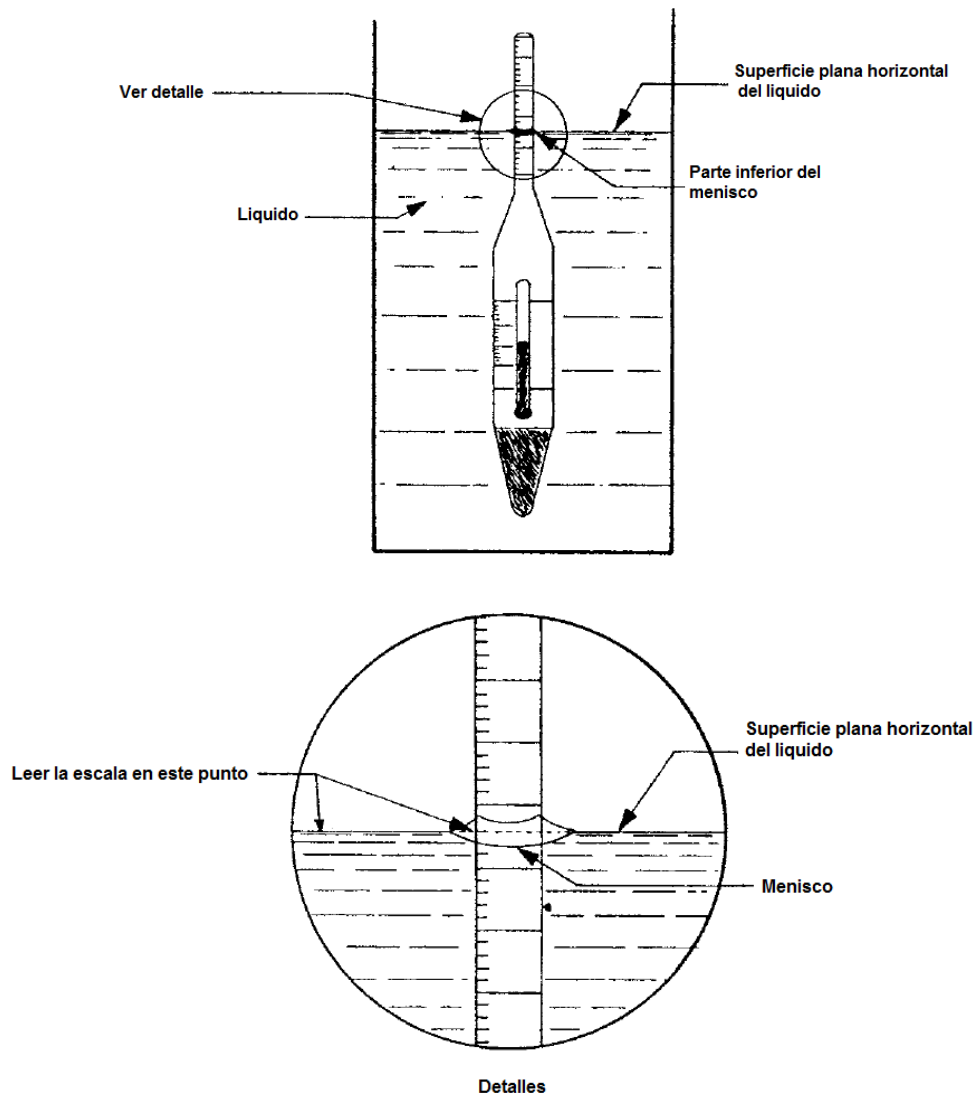
- Transferir la muestra a una probeta limpia de tal manera que evite la formación de burbujas y reduzca al mínimo la evaporación de los constituyentes livianos de las muestras más volátiles. Para las muestras volátiles haga la transferencia a la probeta por medio de un tubo embudado. Remueva la espuma que se haya formado en la superficie, con una pieza de papel filtro limpio. La probeta debe colocarse en posición vertical y en un lugar libre de corrientes de aire. Prever el cambio apreciable de temperatura que puede sufrir la muestra durante el tiempo necesario para completar la prueba. Durante este periodo la temperatura del medio ambiente no debe cambiar más de 5 °F.
- Inspeccionar que la temperatura del líquido sea la apropiada para la prueba.
- Dejar caer suavemente el hidrómetro dentro de la muestra y espere el tiempo suficiente para que se estabilice y para que todas las burbujas de aire vayan a la superficie, sobre todo en el caso de muestras viscosas. Cuide que el hidrómetro no roce las paredes del recipiente, ya que puede frenar su libre desplazamiento si se forma una película de líquido entre el hidrómetro y la probeta.
- Con el hidrómetro flotando libremente y la temperatura de la muestra constante (variación máxima de 0.2 °F), tomar la lectura en la escala a la

división más cercana. Para líquidos transparentes coloque el ojo a la altura de la superficie del líquido y tome la lectura.

- Cuidar que la temperatura de la muestra no se haya desviado más de 1 °F inmediatamente antes y después de la observación, de lo contrario debe repetirse la observación cuando la temperatura esté más estable.

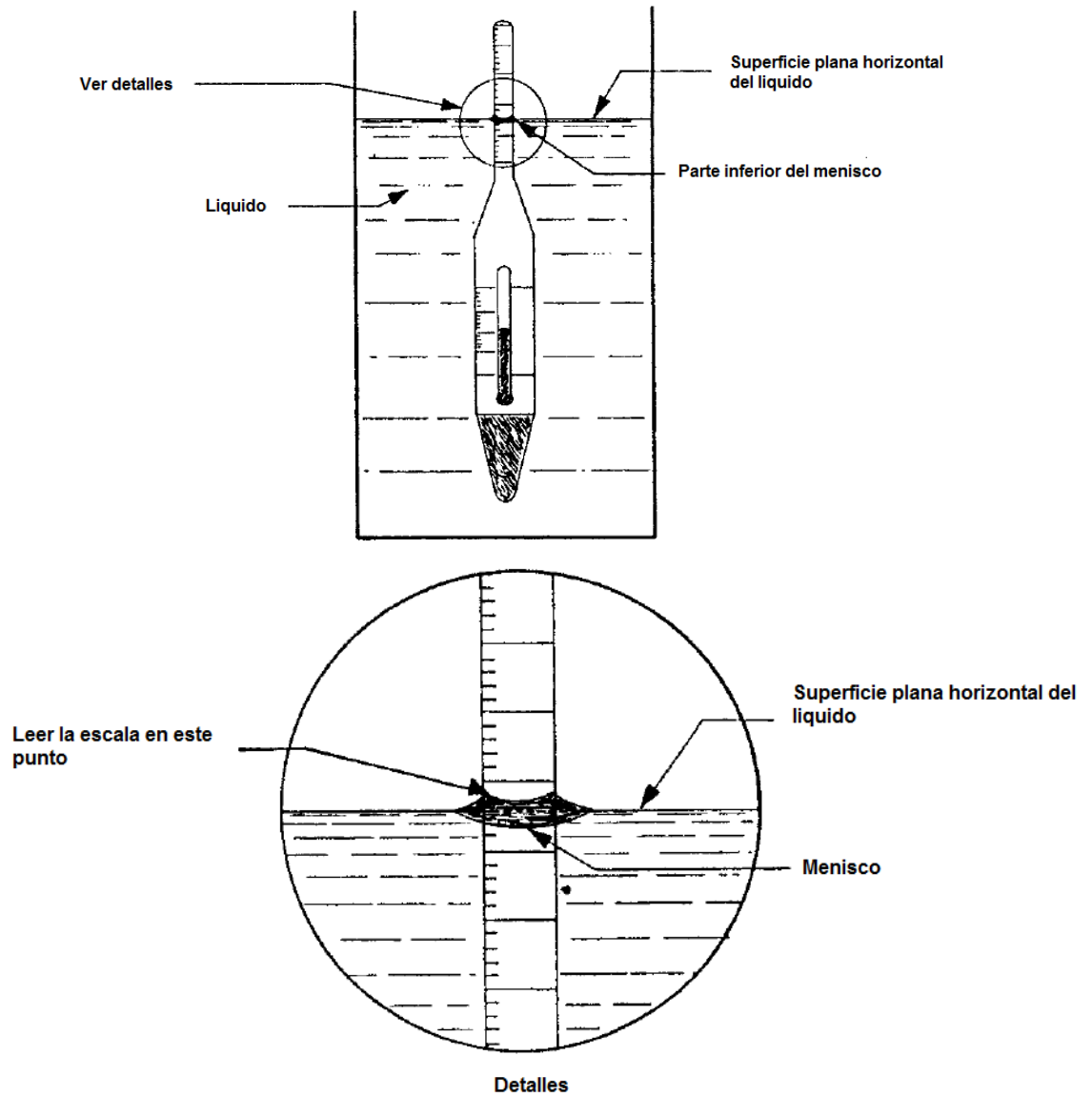
2.6 OBSERVANCIA DE LA GRAVEDAD API

Figura 6. Lectura de la escala del hidrómetro para líquidos transparentes.



Fuente: Tomado de la norma ASTM D1298-12b

Figura 7. Lectura de la escala del hidrómetro para fluidos opacos.



Fuente: Tomado de la norma ASTM D1298-12b

2.7 CALCULOS Y REPORTE

Corrija las lecturas del hidrómetro a 60 °F, usando las tablas “PetroleumMeasurementTables”, disponibles en los laboratorios de análisis.

Tabla 2. Reporte del API

MUESTRA	TEMP	API OBSERVADO	°API CORREGIDO A 60 °F
1			
2			
3			

Fuente: www.documents.mx/documents/astm-d-1298-espanol-api.html

2.8 IMPORTANCIA DE LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO Y SU RELACIÓN CON LA DETERMINACIÓN DE LOS GRADOS API DEL PETRÓLEO CRUDO.

En los procesos industriales, métodos de análisis o pruebas, procesos de producción, manufactura y procesos de investigación científica donde se ejecuten mediciones de variables físicas, la calibración es muy importante debido a que permite conocer la incertidumbre de los equipos con los que se efectúa la medición, generando confianza en las mediciones y altos estándares de calidad en los productos y resultados finales obtenidos.

La temperatura es una de las variables físicas más medidas y controladas en los procesos industriales y métodos de análisis o pruebas. Por lo cual la calibración de los instrumentos de medición con los cuales se mide esta variable física es fundamental. La única forma de tener confianza en un termómetro es teniendo su certificado de calibración, de esta forma podemos estar seguros de que las lecturas que el termómetro registra o evidencia tienen un significado y son confiables. Aun así, en algunos procesos industriales y métodos de análisis o pruebas siguen utilizando termómetros sin calibrar. Un termómetro que no tenga un certificado de calibración trazable a un estándar nacional reconocido es de poca utilidad. De esta forma, hoy en día se utilizan termómetros fabricados en forma masiva que no disponen de ese certificado, confiando que el fabricante tenga conciencia y el proceso de fabricación del termómetro sea conforme a las

normas internacionales de construcción de instrumentos de medición de temperatura, y que por lo menos haya realizado calibraciones aleatorias a muestras del lote fabricado y pueda ofrecer algún nivel de precisión, exactitud y confiabilidad a esos termómetros, sin saber si los procesos de calibración y patrones que utiliza el fabricante son conformes a las normas y procedimientos de calibración de temperatura.

La frecuencia de calibración de cualquier instrumento de medición depende básicamente de su robustez frente a las condiciones de uso a las cuales está sometido, lo que solo puede ser definido por el usuario. En términos generales, estas frecuencias fluctúan entre los 6 y 24 meses. Tener un instrumento calibrado no significa que funcione bien, solo quiere decir que conocemos la diferencia entre lo que el instrumento indica y lo que debiera indicar en base a la comparación con un patrón, lo que queda establecido en el certificado de calibración.

En términos fundamentales todo termómetro debe ser sometido a calibración, sin embargo, las razones para calibrar son más bien de tipo prácticas. Ningún termómetro permanece de forma constante, termómetros y sensores como termómetros de vidrio, termopares, termistores, termómetros de resistencia de platino, cambian sus características con el tiempo.

Actualmente con la competitividad de los mercados y para garantizar que los procesos de análisis y pruebas como la determinación de la gravedad API sean conforme a las normas es necesario que los instrumentos de medición que intervienen en ese análisis sean calibrados. Existe una necesidad de calibrar para cumplir con estándares de calidad, la calibración puede mejorar la eficiencia y si las características de un termómetro se conocen de forma más precisa y exacta, se puede lograr disminuir costos operativos. El requerimiento de calibrar los instrumentos de medición de temperatura crece continuamente.

El termómetro de vidrio es un instrumento de medición de temperatura empleado en la realización del análisis de gravedad API al petróleo crudo. Este instrumento se usa en este análisis con el fin de determinar la temperatura a la cual se encuentra la mezcla que se está analizando, para posteriormente realizar una corrección por temperatura de acuerdo a las tablas del Instituto Americano del Petróleo. El instrumento es un termómetro de líquido en vidrio, donde el líquido es mercurio un metal que se encuentra en estado líquido en la naturaleza y se dilata fácilmente por la acción de la temperatura. Para la realización del análisis de gravedad API se emplea un termómetro ASTM 12F Gravity Thermometer que tiene un rango de medición -5°F a 215°F y la subdivisión de la escala o precisión es de 0.5°F .

Este instrumento desempeña la fundamental tarea de medir la temperatura a la cual se encuentra la muestra que se está analizando, su precisión de 0.5°F le

permite al analista observar las variaciones de temperatura en la muestra por muy mínimas que sean. Su correcto uso, mantenimiento, cuidado y calibración son esenciales para que este instrumento mida de manera exacta y precisa la temperatura a la cual se encuentra la muestra.

La calibración de este instrumento se ejecuta en laboratorios de metrología bajo el método de calibración por comparación. La calibración de este instrumento se debe efectuar de acuerdo a los manuales de calidad del laboratorio de análisis físico-químicos al cual pertenezca, por lo general estos manuales dictan que la calibración de este tipo de termómetros se debe realizar cada 12 meses (1 Año). La calibración del termómetro ASTM 12F es esencial para garantizar en primera instancia que los valores de temperatura mostrados en la escala de medición del equipo son los correctos, y en segunda instancia garantizar que la temperatura de la muestra es la real ya que al momento de realizar el cálculo de los grados API si la lectura mostrada en el termómetro no es la real, se incurriría en un grave error al momento de obtener los grados API, lo cual afectaría la calidad del crudo, su valor comercial y perjudicaría a las empresas petroleras interesadas en la muestra.

Un termómetro que no sea calibrado trazablemente, o no sea calibrado en los tiempos estipulados por los manuales de calidad afectaría el resultado final del análisis de los grados API. No obtener el resultado correcto de los grados de API por las fallas del termómetro generaría un impacto en la valoración comercial y desarrollo de los yacimientos petrolíferos, ya que el API es una propiedad física del petróleo crudo que determina la calidad de los mismos. La caracterización de los crudos a través de la determinación de los grados API permite planificar el desarrollo de un campo petrolero. Además, el conocimiento previo de esta propiedad física permite hacer estimaciones de producción del yacimiento de crudo. Un crudo que tenga mayor grado API es un crudo liviano, por lo tanto, será un crudo de mucho mayor valor comercial, y tendrá una viscosidad muy pequeña, escasa tendencia aditiva y alta tendencia a emulsificarse. Caso contrario ocurre con los crudos que tienen un grado API más bajo.

3. CAPITULO

CONCEPTOS FUNDAMENTALES DE TERMOMETRIA

Termómetro de columna de líquido: Instrumento destinado a realizar mediciones de temperatura, basado en la dilatación longitudinal proporcional a la temperatura registrada de un líquido (mercurio, aleaciones mercurio/talio, alcohol, etc.) contenido en un recipiente de vidrio.

Termómetro de Faden: Termómetro de columna de mercurio con el bulbo de gran longitud.

Termómetros ASTM: Estos termómetros están diseñados para ser usados con métodos de prueba específicos, y son identificados por tener el acrónimo ASTM y un número inscrito. La norma de especificaciones ASTM E-1 lista los puntos de calibración, temperaturas de la columna emergente para termómetros de inmersión parcial y un procedimiento especial que debe seguirse para su prueba y calibración.

Cámara de contracción: Ensanchamiento en la parte inferior del capilar (debajo de la escala principal o entre la escala principal y la escala auxiliar) que sirve para reducir la longitud del capilar necesaria para alcanzar la escala principal del termómetro.

cámara de expansión: Ensanchamiento en la parte superior del capilar que sirve para prevenir un exceso de presión interna cuando el mercurio o el correspondiente líquido termométrico ascienden por el capilar.

Capilar: Cavidad cilíndrica de vidrio por la que asciende o desciende el mercurio o el correspondiente líquido termométrico, cuando se eleva o se disminuye la temperatura, respectivamente.

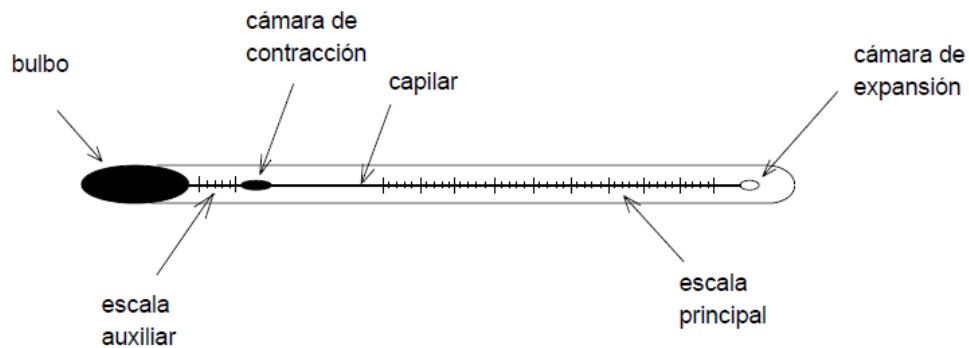
Columna: Líquido termométrico que asciende por el capilar.

Bulbo: Depósito de vidrio de paredes delgadas que contiene la reserva de mercurio o del correspondiente líquido termométrico. Su volumen está relacionado con el tamaño de la escala y el diámetro del capilar.

Escala principal: Escala donde se lee la temperatura indicada por el termómetro. Está graduada en grados Celsius u otros o múltiplos o submúltiplos de grados.

Escala auxiliar: Escala corta adicional de algunos termómetros, que no está incluida en el rango de la escala principal, que se usa para comprobaciones periódicas de la medida de temperatura del termómetro a una temperatura de referencia (p. e. punto del hielo).

Figura 8. Termómetro de líquido.



Fuente: Tomado de Procedimiento Th-004 Para La Calibración Por Comparación De Termómetros De Columna De Líquido del Centro Español de Metrología. Pag 5.

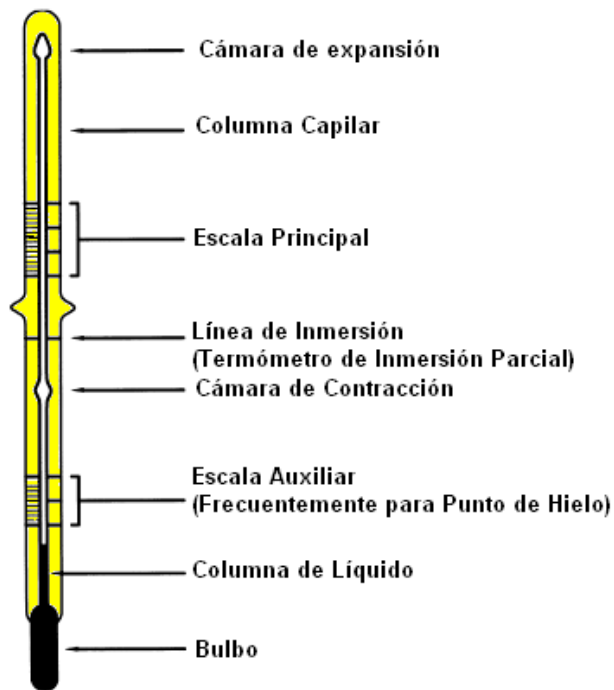
3.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DE UN TERMOMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO

El principio de funcionamiento de un termómetro de columna de líquido o líquido en vidrio es la expansión térmica. Cuando aumenta la temperatura del bulbo del termómetro el líquido y el vidrio que lo contiene se dilatan con diferentes coeficientes de dilatación, lo que origina un avance del líquido (columna) por el capilar del vidrio. La parte superior de la columna de líquido se denomina menisco y logra su reposo cuando la temperatura del bulbo es igual a la del medio. La temperatura puede ser leída entonces por la posición del menisco en una escala dibujada sobre el vidrio del termómetro. La reserva de líquido está contenida en el bulbo, que contiene un volumen de líquido equivalente a un número específico de grados de la escala dependiendo de los coeficientes de expansión del líquido y el vidrio.

La tensión superficial presente en el menisco de líquidos que no “mojan”, produce presiones en el seno del líquido que se traducen en pequeñas deformaciones del bulbo. Cuando la presión es variable debido a variaciones de diámetro o imperfecciones del capilar, la variación de la columna de líquido con la temperatura se realiza de forma discontinua (saltos), que es necesario evitar mediante vibraciones del termómetro y observando que sus incrementos sean compatibles con la incertidumbre de calibración.

En termómetros con líquidos orgánicos que “mojan” la superficie del capilar, no se presenta el fenómeno de variaciones de presión, sin embargo, estos líquidos tienen tendencia a permanecer en las paredes del capilar, por lo que deben darse tratamientos térmicos y desplazamientos de la columna de líquido que aseguren la no permanencia de restos de líquido en el capilar o en la cámara de expansión. Esto se hará antes de la calibración como se describe más adelante.

Figura 9. Termómetro de líquido y sus partes.



Fuente: Tomado de Termómetros de Líquido en Vidrio. Boletín electrónico de La Guía MetAs. Pág 2.

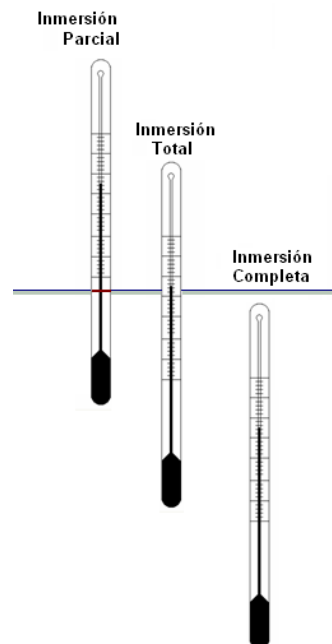
3.2 TIPOS DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO

3.2.1 Termómetros de inmersión total: Están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando el bulbo y toda la columna de líquido están inmersos en el medio del que se va a medir la temperatura. En la práctica, aproximadamente 1 cm de columna debe estar fuera del medio para que se pueda leer el termómetro.

3.2.2 Termómetros de inmersión parcial: Están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando el bulbo y una longitud especificada de la columna se encuentran sumergidas en el medio del que se va a medir la temperatura. La longitud que se debe sumergir debe venir indicada o estar señalada sobre el termómetro.

3.2.3 Termómetros de inmersión completa: Están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando la totalidad del termómetro está sumergido en el medio del que se va a medir la temperatura. Éstos son menos habituales.

Figura 10. Tipos de termómetro de líquido.



Fuente: Tomado de Termómetros de Líquido en Vidrio. Boletín electrónico de La Guía MetAs. Pág. 4.

3.3 MATERIALES DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO

Materiales que forman al termómetro: Vidrio, líquido termométrico y gas.

Existe una gran variedad de tipos de vidrios, pero no todos son apropiados para el trabajo termométrico. En la actualidad se han desarrollado vidrios termométricos especiales, con buena estabilidad y resistentes a las temperaturas.

El líquido termométrico ideal debería tener las siguientes propiedades físicas y químicas:

- Ser líquido en el intervalo nominal del termómetro
- Tener un coeficiente de expansión lineal
- Ser opaco o con color, para su fácil lectura
- No “mojar” por fuerzas adhesivas la superficie del capilar
- Ser químicamente inerte con respecto a otros materiales en el sistema
- Ser químicamente estable
- No ser dañino, para seguridad en manufactura y uso
- Tener un menisco bien definido, para fácil lectura

Tabla 3. Tipos de líquidos termométricos.

Líquido Termométrico	Intervalo típico	Coeficiente de Expansión Típico Relativo en Vidrio
	°C	°C. ⁻¹
Mercurio	-38...+600	0,000 16
Alcohol, etanol	-80...+60	0,001 04
Tolueno	80...+100	-0,001 03
Pentano	-200...+30	0,001 45

Fuente: Tomado de Termómetros de Líquido en Vidrio. Boletín electrónico de La Guía MetAs. Pág 3.

4. CAPITULO

MEDIOS DE COMPARACION ISOTERMICOS LIQUIDOS

Los medios Isotérmicos son sistemas termales con control de enfriamiento y de calentamiento, en los cuales se establece la temperatura nominal de medición para servir como medio de comparación.

Los medios de comparación isotérmicos pueden ser líquidos, sólidos o en estado gaseoso, para el caso de estudio nos enfocaremos en los medios de comparación isotérmicos líquidos.

4.1 MEDIOS LÍQUIDOS

Son los medios de mejor comportamiento en cuanto a la homogeneidad, ya que pueden ser fácilmente agitados contando así con una conducción térmica muy buena. Los medios líquidos se usan normalmente para calibraciones de alta exactitud, para calibración de termómetros de líquido en vidrio e incluso para termómetros cuyas formas geométricas sean un poco caprichosas. Por su alta estabilidad y uniformidad son la opción perfecta en calibraciones donde se requiere de una incertidumbre baja. Actualmente existe una gran variedad de baños que permiten incluso que algunos de ellos sean portátiles para calibraciones en campo, como los microbaños o aquellos que ocupan poco espacio y son semiportátiles, como lo son los baños compactos. Todos estos baños cuentan con un sistema de control que garantiza la llegada al punto nominal (Set Point) y la estabilidad en el mismo. También cuentan con un sistema de agitación, generalmente de hélice con aspas de perfil pronunciado.

Algunas de las principales características de los baños líquidos son las siguientes:

- Alta exactitud
- Adaptable a distintos diámetros y profundidad de inmersión de termómetros
- Normalmente no son portátiles
- Presentan cambios de temperatura lentos
- Requiere de termómetro de referencia externo
- Es crítica la selección del fluido
- Intervalo de temperatura de uso restringido

Los hay de diferentes líquidos los cuales están limitados en su rango dependido de los puntos de solidificación y evaporación de dichos líquidos. Entre ellos encontraremos:

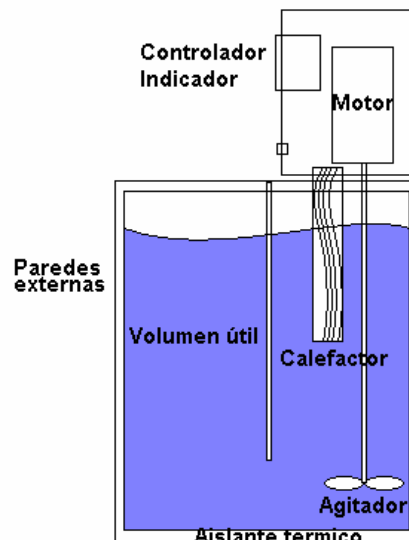
Baño de Alcohol: Utilizado para temperaturas menores a la temperatura ambiente con un valor mínimo de aproximadamente 100 °C.

Baño de Agua: Utilizado generalmente desde temperatura ambiente hasta los 80°C, dependiendo del nivel de evaporación el cual está estrechamente ligado a la presión atmosférica.

Baño de Aceite: Utiliza aceites de silicona de alto aislamiento eléctrico, utilizado de temperaturas ambientales hasta los 200 °C.

Baño de Sales: En su apariencia inicial es un sólido debido a que las sales son de sodio, material que solo a temperaturas superiores a 80 °C su funde. Su rango de operación se extiende desde los 100 ° C o más hasta los 500 °C. Generalmente se usa a temperaturas superiores a los 200 °C ya que si se cuenta con baño de sales, este trabajaría el rango de 100 a 200 °C.

Figura 11. Baño isotérmico líquido.



Fuente: Tomado de Corporación Metrología y Calidad – CMC Ltda. Curso virtual de temperatura CV-05.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE UN MEDIO ISOTÉRMICO LIQUIDO

Caracterizar un medio consiste en realizar una evaluación de la estabilidad, la homogeneidad y la exactitud en condiciones especiales de funcionamiento o en casos en donde se tenga la certeza que la estabilidad y la homogeneidad no deben ser controladas periódicamente, y sea suficiente controlar la exactitud. El proceso de medición es igual al expuesto en la calibración, la diferencia está en la periodicidad del proceso.

4.3 CALIFICACIÓN DE UN MEDIO ISOTÉRMICO

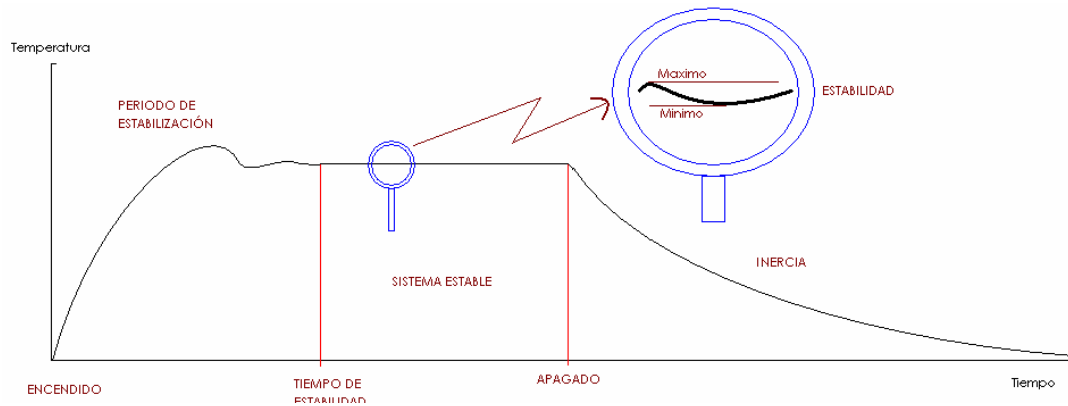
La calificación de un medio isotérmico es un trabajo riguroso establecido para medios en donde la criticidad de exactitud, homogeneidad y estabilidad sean altas en el proceso aplicado. El trabajo consiste en realizar la calibración anteriormente expuesta, pero en todas las condiciones posibles de carga (cantidad de elementos o productos almacenados, procesados, conservados, incubados, etc., dentro del medio) del medio isotérmico. Esto implica realizar más de una calibración, pero introduciendo diferentes cargas al medio. Como resultado se tendrían reportes de exactitud, estabilidad y homogeneidad a diferentes valores de carga.

4.4 CARACTERÍSTICAS DE LOS MEDIOS ISOTÉRMICOS. (HOMOGENEIDAD, ESTABILIDAD E INERCIA).

Al calibrar o utilizar un medio Isotérmico es necesario tener en cuenta sus diferentes características.

Un medio Isotérmico tiene un comportamiento diferente desde que es energizado o configurado a una temperatura deseada, hasta que es apagado o configurado a una temperatura diferente. La figura 12 muestra el ciclo típico de un medio isotérmico:

Figura 12. Ciclo típico de un medio isotérmico.



Fuente: Tomado de Corporación de Metrología y Calidad - CMC Ltda. Curso virtual de temperatura CV-05.

Como se observa, una vez configurado el medio, se requiere un tiempo de estabilización en donde el sistema está logrando su temperatura nominal. Este tiempo está determinado por la potencia, inercia térmica, sistema de homogenización, influencias de la temperatura ambiente. Una vez se ha alcanzado la temperatura nominal, el medio funciona como un sistema amortiguado que, al llegar a su estabilidad típica, es prudente tomar las mediciones. El tiempo de estabilidad controlada (sistema estable) es el tiempo en donde se miden los procesos, se calibra el equipo y se utiliza el sistema. Su valor de estabilidad estará determinado por la eficacia del sistema de control.

Al momento de configurar un nuevo valor de temperatura en el medio, existe un tiempo de inercia que es tan largo como lo determine la potencia o sistemas de enfriamiento o calentamiento del mismo, este periodo no es un tiempo útil para realizar mediciones o procesos. Sin embargo, existen excepciones en algunos medios Isotérmicos en donde la temperatura requerida, no necesariamente es estable, sino que tiene un crecimiento o decrecimiento controlado según el proceso. La calibración en estos casos debe ser cuidadosamente controlada para lograr que los instrumentos patrones se acerquen lo mejor posible a la temperatura a la que se encuentra en medio, para este caso es necesario utilizar sensores de alta sensibilidad o rapidez.

5. CAPITULO

CALIBRACIÓN DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO

Los termómetros que se utilizan para mediciones de temperaturas que pudieran afectar, directa o indirectamente, la calidad de los resultados generados en los análisis y pruebas fisicoquímicas que se le realizan al petróleo crudo, deberían estar debidamente calibrados. Según las normas para la gestión de la calidad, los laboratorios que realicen análisis o pruebas fisicoquímicas al petróleo crudo deben establecer una programación que controle y demuestre periódicamente que sus instrumentos de medida se encuentran calibrados y mantener documentos que describan los procedimientos de calibración y los criterios de aceptación, así como informes que contengan datos de las calibraciones efectuadas. A continuación, se estudiará un procedimiento para calibrar los termómetros de columna de líquido utilizados en el análisis de gravedad API, por el método de comparación.

Los laboratorios de calibración deben tener y aplicar procedimientos para la calibración de termómetros de columna de líquido basados en métodos validados o publicados en normas o recomendaciones de organismos reconocidos o fabricantes de instrumentos. Para la calibración en la magnitud de temperatura se debe tener en cuenta que, para poder realizar una comparación confiable de la lectura de un termómetro con otro, se hace necesario contar con un medio isotérmico en donde se encuentren las partes sensibles de los termómetros a comparar. Para evitar al máximo errores debido a dicho medio, se deben tener en cuenta factores como la homogeneidad y la estabilidad de dicho medio.

Los patrones y los termómetros bajo prueba en el medio de calibración deben establecerse de tal manera que los errores por in-homogeneidad e inestabilidad se conozcan para que no sean atribuidos erradamente al instrumento bajo prueba. Los valores de temperatura a medir (puntos) se establecen por el usuario del equipo, no obstante, cabe aclarar que una calibración en todo el rango del equipo demanda una cantidad de tiempo excesiva. La longitud de inmersión es clave para una correcta medición. Una longitud de inmersión típica es la establecida por los termómetros de líquido en vidrio de inmersión parcial (Hasta la línea de inmersión o longitud especificada), otra inmersión está dada por los termómetros de punzón con marcación de inmersión mínima y por último la inmersión a la que es utilizado o calibrado un instrumento. Si es la primera calibración que se le realizará a un equipo y no se cuenta con información previa de la inmersión, se debe realizar una prueba práctica, que consiste en sumergir el instrumento en un medio estable, tomar la lectura a una inmersión mínima, incrementar la inmersión en 1 cm y tomar la lectura. Este proceso debe realizarse varias veces hasta que se evidencie que el instrumento no varía la lectura con inmersión adicional. La inmersión se debe

registrar como inmersión mínima en el registro de calibración y en los lugares donde se garantice que se leerá para el correcto uso del termómetro, como por ejemplo en la hoja de vida del equipo.

Como ya se ha establecido anteriormente: La calibración se define como "el conjunto de operaciones que establece, bajo ciertas condiciones, las relaciones entre valores indicados por un instrumento de medición o un sistema de medida." Este involucra el proceso de ajuste de un instrumento o de la elaboración de la tabla de los errores para que su lectura pueda ser correlacionada con el valor verdadero de la medida inicial.

Para la calibración de termómetros se debe contar con lo siguiente según sea el caso:

5.1 EQUIPOS Y MATERIALES NECESARIOS PARA LA CALIBRACIÓN

5.1.1 Termómetros Patrón: Dos termómetros patrón (de resistencia, de columna de líquido de precisión, digitales, etc.) con incertidumbre de calibración de al menos, un orden de magnitud inferior a la incertidumbre de calibración esperada. Es recomendable disponer de otro patrón adicional, debido a que en el caso de que la diferencia encontrada entre las lecturas de los dos patrones usados durante la calibración sea mayor que la uniformidad del medio de calibración es útil para verificar si uno de los patrones está midiendo mal.

Para la calibración por el método de comparación debe utilizarse como patrón un termómetro de resolución adecuada y previamente calibrado con referencia a la Escala Internacional de Temperatura de 1990, EIT-90. Se recomienda usar un termómetro digital con sonda de resistencia de platino del tipo PT 100, acompañado de un certificado de calibración expedido por un laboratorio acreditado o un instituto nacional de metrología, debiendo constar en dicho certificado la trazabilidad a patrón de referencia, la incertidumbre expandida y el factor de cobertura que se ha utilizado en el cálculo de incertidumbre expandida.

5.1.2 Medio isotérmico: Baños de líquido de temperatura controlada con funcionamiento en el margen de calibración del termómetro, caracterizados en estabilidad y uniformidad, y deben ser coherentes con la incertidumbre de calibración esperada. También puede ser necesario un baño de hielo.

5.1.3 Sistema óptico de lectura: Es necesario contar con elementos que faciliten o mejoren la visualización para la lectura de indicación de los termómetros, al

momento de realizar la toma de datos durante la calibración. Estos elementos pueden ser: lentes, lupas, catalejo, cámara de vídeo conectada a un monitor.

5.1.4 Registradores de las condiciones ambientales: Equipos de medición que sean registradores de las condiciones ambientales del laboratorio, como lo son la temperatura, presión y humedad. Estos deben ser adecuados para el margen de presión, temperatura y humedad a las que habitualmente se encuentra el laboratorio.

5.1.5 Elementos de sujeción de sensores y termómetros: Estos elementos facilitan el sostenimiento y ubicación de los termómetros patrones y el termómetro a calibrar en el medio isotérmico líquido, son de gran ayuda en el proceso de calibración. Estos elementos pueden ser pinzas, tapones perforados etc.

5.1.6 Líquidos para los baños: Líquido para el baño isotérmico, que cumpla con las características adecuadas para el rango de prueba del termómetro a calibrar.

5.2 DOCUMENTACIÓN NECESARIA PARA LA CALIBRACIÓN

5.2.1 Formatos de medición: Se requiere de este tipo de formatos para realizar la calibración, ya que estos facilitan registrar las lecturas tomadas durante el proceso de calibración, toma de datos de las condiciones ambientales del sitio de calibración y anotar diversos datos que sean importantes para la calibración.

5.2.2 Tablas de conversión: Es necesario que este tipo de tablas estén presentes en el laboratorio de calibración, debido a que en muchos casos el termómetro a calibrar puede tener una escala de medición diferente a la del termómetro patrón, por lo cual la presencia de estas tablas es indispensable.

5.2.3 Trazabilidad de patrones: Conocer la trazabilidad de los patrones al momento de la calibración es indispensable, por lo cual se requiere que las cartas de trazabilidad de los patrones estén asequible al operador que realizara la calibración.

5.2.4 Manuales de operación: Este tipo de documentos es fundamental al momento de empezar la calibración, ya que en ellos está contenido las pautas y recomendaciones a la hora de utilizar algún equipo o elemento en la calibración. Se recomiendan que estén en un lugar visible y de fácil acceso al operador que realizara la calibración.

5.3 RECONOCIMIENTO DE LAS CARACTERÍSTICAS DEL TERMOMETRO A CALIBRAR

Antes de comenzar una calibración, es necesario conocer las características generales acerca del termómetro que se va a calibrar. Entre estas características encontramos:

- La relación entre el sensor y la temperatura verdadera.
- Las especificaciones del fabricante y las prácticas recomendadas.
- La exactitud.
- La construcción para evitar daños en partes del equipo que no tolera temperaturas extremas. Si es necesario se deben utilizar tipos especiales de protecciones para partes como mangos de sujeción, cables, conectores, etc.
- Tolerancia a cambios de temperatura. Los termómetros tienen diferentes resistencias a los cambios de temperatura, se sugiere no someter los termómetros a cambios repentinos de temperatura que superen los 30 °C.

5.4 OPERACIONES PREVIAS A LA CALIBRACIÓN

Paso 1: El termómetro a calibrar deberá estar identificado con al menos un número de serie. Si no lo estuviera, y antes de iniciar la calibración, se debe proceder a su identificación por el laboratorio, asociando en el lugar del termómetro que se considere más apropiado un número identificativo de la forma que determine el laboratorio, en algunos casos puede ser una etiqueta.

Paso 2: El termómetro a calibrar debe ser inspeccionado con detalle utilizando un lente de aumento con el fin de observar detalles mínimos que afecten la calibración y el buen funcionamiento del equipo, para comprobar si existen o no algunos de los siguientes defectos:

- Las marcas y graduación no son nítidas y regulares.
- Se observan irregularidades en el interior del capilar o pequeñas fisuras en el vidrio, que podrían causar problemas en la lectura o la rotura del termómetro durante la calibración.
- Columna de líquido partida.
- Presencia de burbujas en la columna de líquido.
- Presencia de líquido en la cámara de expansión.

No se realizará la calibración del termómetro si se detecta alguna de las imperfecciones señaladas anteriormente.

Paso 3: Se registrarán las condiciones ambientales durante la calibración, tales como temperatura, humedad y presión.

Paso 4: Si es necesario, se preparará un baño de hielo de forma que se aproxime lo más posible a su valor teórico de 0 °C.

Paso 5: Si se ha observado que la columna de líquido se encuentra partida, existen burbujas en la columna de líquido o existe líquido en la cámara de expansión, se deberá reunir todo el líquido en la columna antes de la calibración, informando previamente al cliente y con su aceptación previa. Existen varias formas:

1. Enfriar el bulbo del termómetro en hielo u otro agente frío hasta concentrar todo el líquido termométrico en el bulbo. En el caso del mercurio se puede introducir el bulbo en hielo seco para congelar el líquido. El mercurio se reunirá fácilmente en el bulbo con pequeñas vibraciones o agitación manual del termómetro. Si se ha congelado el mercurio hay que tener cuidado al volver a calentarlo, iniciando el calentamiento en la parte superior del bulbo para evitar presiones que podrían fracturar el termómetro.
2. Si existe una cámara de contracción en el termómetro, las porciones de líquido separadas deben llevarse primero a dicha cámara, enfriando el bulbo. Después se agitará el termómetro hasta que la parte separada se concentre en gotas. Para reunir las gotas con el resto del líquido se calentará y enfriará sucesivamente el termómetro para llevar el líquido de la cámara de contracción a la de expansión hasta juntarlo. Debe tenerse cuidado de no llenar con líquido más de 2/3 de la cámara de expansión del termómetro.
3. Para termómetros sin cámara de expansión con restos de líquido en la parte superior se puede convertir el líquido separado en vapor, calentando la parte alta del termómetro. El vapor se condensará entonces en la parte fría del capilar. Cuando se ha producido la destilación completa y no queda líquido en la parte alta del termómetro, se calienta el bulbo para que las gotas de líquido localizadas ahora en el capilar del termómetro, sean recogidas por la columna ascendente.
4. En el caso de detectar burbujas de gas en el bulbo del termómetro es preciso primero llevar todo el líquido termométrico al bulbo, enfriando el termómetro. Posteriormente con el termómetro en horizontal, se golpea

suavemente el bulbo hasta formar una sola burbuja en el bulbo. Manteniendo el termómetro en horizontal se fuerza a la burbuja a viajar hacia la pared del bulbo rotando el termómetro y golpeándolo levemente con la mano. Cuando la burbuja llega a la superficie interna del bulbo, se coloca el termómetro en vertical para dejar la burbuja en la parte superior del bulbo y reunir el líquido según se ha descrito anteriormente.

Paso 6: En los termómetros con líquidos orgánicos como etanol o tolueno se debe eliminar la película de líquido que puede existir en el capilar mediante destilación, acumulando todo el líquido en el bulbo. La calibración de este tipo de termómetros se hará siempre a temperaturas crecientes para evitar dejar una película de líquido en las paredes del capilar.

Paso 7: Si es preciso realizar alguno de los procesos descritos anteriormente en los pasos 5 o 6, antes de la calibración se deberá esperar un periodo aproximado de 72 h. Independientemente de esto es conveniente, antes de comenzar la calibración respetar un tiempo de estabilización en las condiciones ambientales del laboratorio.

5.5 SECUENCIA DE LAS OPERACIONES PARA LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO

Para realizar un proceso de calibración adecuado y que minimice al máximo las fuentes de incertidumbre, es necesario tener en cuenta lo siguiente:

1. En general durante la calibración las medidas de la temperatura se harán cuando el baño de líquido de temperatura controlada se encuentre estable y uniforme, lo que debe comprobarse en cada punto de calibración. El laboratorio debe tener caracterizados previamente los baños, y tendrán valores asignados de estabilidad y uniformidad. Para comprobar si el baño está lo suficientemente estable se registrará la lectura de uno de los patrones. Para comprobar si el baño está uniforme se utilizarán dos patrones. Si no se consigue la estabilidad y uniformidad previamente definida se aumentará convenientemente la incertidumbre en la calibración.

Si se utilizan patrones electrónicos tales como termómetros digitales, puentes de medida de resistencia y etc., deberán conectarse un tiempo antes de comenzar las mediciones según se indique en los manuales.

2. Debe asegurarse una profundidad de inmersión adecuada del termómetro a calibrar y los patrones. Si no fuera posible introducir el termómetro a

calibrar a inmersión total en el baño debido a que el termómetro es demasiado largo o el baño es de pequeñas dimensiones, se realizarán correcciones por columna emergente. Además, se procurará colocar los termómetros a calibrar y los patrones en la zona central del baño ya que es una zona caracterizada en uniformidad, próximos y sin tocarse entre sí.

3. Se debe determinar el coeficiente de presión externa en el caso de termómetros de alta precisión, con división menor de 0,05 °C.
4. La calibración del termómetro en los puntos elegidos debe realizarse empezando por el punto más bajo de la escala. Durante la calibración se debe mantener el termómetro en vertical, para evitar errores de lectura debidos a la paralaje y se debe vibrar el termómetro para evitar errores de lectura relacionados con la tensión superficial entre menisco y el vidrio. Para esto puede ser suficiente mantenerlo solidario con el baño, ya que los baños suelen vibrar en general debido a los motores de agitación o compresores, si no hacerlo manualmente o con un vibrador mecánico. También se verificará durante la calibración la no existencia de saltos en el desplazamiento de la columna de líquido por el capilar del termómetro.

5.6 PROCESO CALIBRACIÓN

Se comienza la calibración con la medida en 0 °C, si este valor no estuviese incluido en la escala se medirá el de temperatura más baja.

Se debe procurar que ni los patrones ni los termómetros a calibrar toquen el fondo o las paredes del baño. Se deben situar en la zona caracterizada del baño en uniformidad y a veces puede ser útil utilizar un homogeneizador para ganar en uniformidad en temperatura.

La calibración se realizará en puntos de temperaturas crecientes que cubran como mínimo el 80% de la escala, es conveniente tomar cinco o más puntos. Para comprobar si el baño está lo suficientemente estable es conveniente registrar la lectura de uno de los patrones. El termómetro deberá ser examinado al menos en 3 puntos, distribuidos uniformemente, incluyendo la graduación correspondiente al 0°C, para el caso de termómetros de líquido en vidrio si la escala lo contiene.

El proceso de lectura que se repetirá para cada punto de calibración, consiste en:

1. Lectura del primer patrón P1.1, corregida según certificado.
2. Lectura del termómetro a calibrar T1.1 utilizando el sistema óptico.

3. Lectura del segundo patrón P2.1, corregida según certificado.
4. Lectura del termómetro a calibrar T1.2, si se calibra más de un termómetro las lecturas se realizarán en orden inverso a como se hayan hecho.
5. Lectura del primer patrón P1.2, corregida según certificado.

En este proceso, si la diferencia entre la temperatura del primer patrón, media de P1.1 y P1.2 y del segundo P2, en un punto de calibración determinado, es mayor que la combinación cuadrática de la uniformidad y la estabilidad asignada al baño de calibración (1), se repetirá la medida por falta de uniformidad o estabilidad. Si la diferencia persiste se sustituirá uno de los patrones para identificar el origen del problema. También se repetirá la medida en el punto de calibración si se observan diferencias mayores que la estabilidad asignada al baño de calibración (2) entre las dos lecturas del primer patrón (P1.1 y P1.2), por falta de estabilidad.

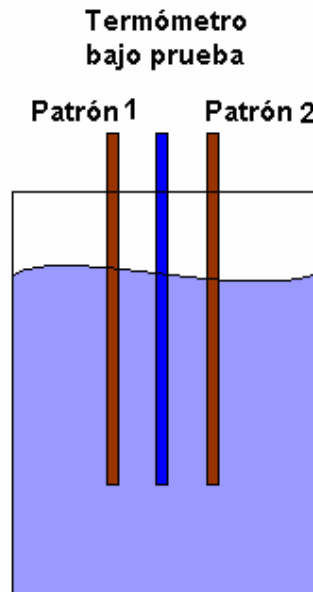
NOTA:

1. Se considera que la diferencia entre las lecturas de los dos patrones puede ser debida a la falta de estabilidad y de uniformidad del baño. Se permite una variación dentro de los límites de la estabilidad y uniformidad del baño utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el baño suficientemente estable y uniforme (sistema bajo control estadístico).

En cada punto de calibración se recomienda hacer sólo uno de los ciclos indicados y no se realizará ningún tipo de cálculo estadístico con dichas medidas ya que están altamente correlacionadas. El tomar dos medidas de los patrones y dos del termómetro a calibrar es para asegurarse de la estabilidad y la uniformidad del baño. La medida de la dispersión estadística es muy costosa en tiempo.

En el caso de termómetros de columna de mercurio, si alguno de los puntos de calibración está situado en 150 °C o por encima de esta temperatura es aconsejable mantener la columna de mercurio por encima del nivel del baño unos centímetros para evitar la destilación del mercurio, hasta justo antes de realizar la medida. La temperatura asignada a cada punto de calibración será la media de las temperaturas obtenidas con los patrones. Esta media se obtiene primero para las temperaturas determinadas por el primer patrón P1 y después se vuelve a hacer la media para los dos patrones.

Figura 13. Ubicación de los instrumentos patrones y el instrumento bajo prueba en el medio isotérmico para la calibración.



Fuente: Tomado de Corporación Metrología y Calidad – CMC Ltda. Curso virtual de temperatura CV-05.

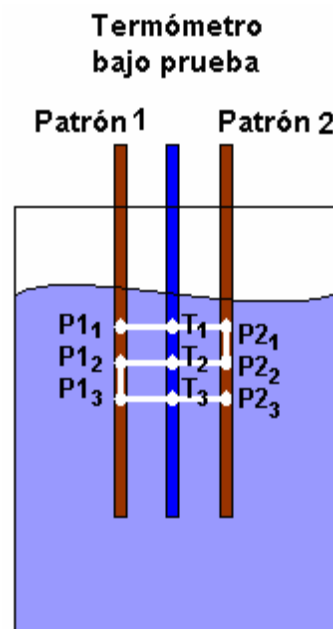
5.8 PROCESO DE MEDICIÓN DURANTE LA CALIBRACIÓN

Para evitar que la estabilidad del medio afecte la medición notoriamente, se hace necesario medir en un periodo de tiempo en donde el medio no cambie por más del valor de incertidumbre reportado por el patrón.

El ciclo de medición se representa, con el siguiente orden:

Lectura Patrón 1, Lectura Termómetro de prueba, Lectura Patrón 2, Lectura Patrón 2, Lectura Termómetro de prueba, Lectura Patrón 1, Lectura Patrón 1, Lectura Termómetro de prueba, etc.

Figura 14. Toma de lecturas durante el proceso de calibración.



Fuente: Tomado de Corporación Metrología y Calidad – CMC Ltda. Curso virtual de temperatura CV-05.

La cantidad de lecturas debe ser como mínimo tres, con el fin de tener una muestra representativa, el máximo lo establece el mismo proceso de calibración bajo el cual se rija, dependiendo de la estabilidad del medio y comportamiento de los equipos.

5.9 TRATAMIENTO DE DATOS Y CALCULO DE ERRORES

Después del proceso de medición durante la calibración, y de haber registrado los datos obtenidos en los formatos de medición, se procede a dar el tratamiento adecuado a estos y a realizar los cálculos fundamentales para determinar el resultado final de la calibración, y si el termómetro bajo prueba, que para este caso es un termómetro de líquido en vidrio para análisis de gravedad api de la referencia 12F cumple con los criterios de conformidad y aceptación para seguir siendo utilizado. Estos cálculos de errores muchas veces son realizados por software programados y tablas automatizadas con las fórmulas de errores en otro tipo de software, lo que facilita la tarea del cálculo de errores, asegurando resultados confiables obtenidos en un laxo de tiempo corto.

Los siguientes errores presentados a continuación, son algunos de los tipos de más comunes en la calibración de un termómetro de líquido en vidrio.

Error del instrumento (EI): Este dado por el promedio de lecturas del termómetro bajo prueba, menos el promedio de lecturas del patrón 1 (P1) sumado más las lecturas del promedio del patrón 2 (P2) dividido entre dos.

$$EI = \text{Promedio lecturas Termómetro de prueba} - (\text{Promedio Lecturas Patrón 1} + \text{Promedio Lecturas Patrón 2}) / 2$$

$$EI = ((T1+T2+T3...+Tn)/n) - [((P11+P12+P13...+P1n)/n) + ((P21+P22+P23...+P2n)/n)]/2$$

Ecuación 1. Error del instrumento

Promedio Patrón 1 (P1): Este dado por la suma de todas las lecturas del patrón 1, dividido entre el mismo número de lecturas.

$$P1 = (P11+P12+P13...+P1n)/n$$

Ecuación 2. Promedio del patrón P1

Promedio Patrón 2 (P2): Este dado por la suma de todas las lecturas del patrón 2, dividido entre el mismo número de lecturas.

$$P2 = (P21 + P22 + P23 \dots + P2n) / n$$

Ecuación 3. Promedio del patrón P2

Promedio Instrumento (I): Este dado por la suma de todas las lecturas del instrumento bajo prueba T, dividido entre el mismo número de lecturas.

$$I = (T1 + T2 + T3 \dots + Tn) / n$$

Ecuación 4. Promedio del instrumento I

Homogeneidad (H) = Esta dada por el valor absoluto de la diferencia entre el patrón 1 (P1) y el patrón 2 (P2).

$$H = |P1 - P2|$$

Ecuación 5. Homogeneidad H del medio isotérmico

Error (E): Este dado por el promedio del instrumento menos, el promedio del patrón 1 (P1) más el promedio del patrón 2 (P2), dividido entre 2.

$$E = I - ((P1 + P2) / 2)$$

Ecuación 6. Error de medida E

Corrección (C): Esta dada por el resultado del producto del error por menos uno (-1).

$$C = \text{Error} * (-1)$$

Ecuación 7. Corrección C

A continuación, se presenta una estructura gráfica, la cual es un modelo adecuado y práctico para registrar las lecturas obtenidas durante el proceso de calibración, y así posteriormente facilitar el cálculo de errores y el análisis de datos.

Tabla 4. Registro de lecturas.

Serie de Lecturas	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
Patrón 1 (°C)			
Instrumento (°C)			
Patrón 2 (°C)			

Fuente: Autor de la monografía.

5.10 USO DE LOS TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO EN LA REALIZACIÓN DE ANÁLISIS AL PETRÓLEO CRUDO PARA CARACTERIZAR SUS PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS.

Como se ha dicho anteriormente, la medición de la temperatura desempeña un papel fundamental en la realización de análisis al petróleo crudo para caracterizar sus propiedades físicas y químicas. Sin medir la temperatura en algunos análisis no sería posible establecer un resultado final exacto, por lo cual se hace necesario contar con instrumentos de medición de temperatura que sean adecuados para efectuar la medición, desde su construcción o parte física hasta su rango de medida. El termómetro de líquido en vidrio por sus características es un instrumento de medición de temperatura muy comúnmente usado en análisis que se le realizan al petróleo crudo. A continuación, se mostrará una serie de análisis que permiten caracterizar al petróleo crudo, y que para emitir un resultado final requieren de la medición de temperatura.

La viscosidad cinemática de líquidos transparentes y opacos es un análisis que se realiza bajo la norma ASTM D 445. Este procedimiento sirve como guía para la determinación de la viscosidad cinemática de productos líquidos del petróleo (transparentes y opacos), El rango de viscosidad cinemática del presente método de ensayo es de 0,4 – 100.000 cSt. En este análisis la medición de la temperatura es fundamental debido a que la viscosidad del crudo y de algunos de sus derivados se ve afectada por la acción de la temperatura, por lo cual contar con un instrumentó de medición como un termómetro de líquido en vidrio debidamente calibrado en esencial para calcular de manera precisa y exacta la viscosidad de la muestra analizada.

El punto de inflamación (Flash Point) por el probador de la taza cerrada de Pensky-Martens es un análisis que se realiza bajo la norma ASTM D93. La realización de este análisis permite determinar la más baja temperatura a la cual la aplicación de una pequeña llama ocasiona que los vapores de la muestra que se está analizando se enciendan produciendo una pequeña explosión ó flaseo. La determinación de la temperatura más baja a la cual la muestra produce la explosión o flaseo es medida a partir de un termómetro de líquido en vidrio, el cual por su construcción y características es el instrumento ideal para medir la temperatura en este análisis.

El método de prueba estándar para la Destilación de Productos de Petróleo que se realiza bajo la norma ASTM D86. Este método de ensayo cubre la destilación de Gasolinas, gasolinas de motor, gasolinas de aviación, turbinas de aviación Combustibles, naftas, alcohol blanco, Querosenos, gasóleos, fuelóleos destilados y productos similares de petróleo Productos, utilizando equipo manual o

automatizado. La realización de este análisis implica la medición de temperatura para determinar el momento exacto en que las sustancias de la mezcla se comienzan a evaporar a una temperatura que se conoce observando la lectura que arroja el termómetro de líquido en vidrio.

El método de prueba estándar para el punto de vertido de los productos petrolíferos es un análisis que se realiza bajo la norma ASTM D97. Este análisis consiste de un calentamiento preliminar seguido de un enfriamiento a una tasa específica y examinando las características de flujo a intervalos de 3 °C. La temperatura más baja a la cual se observa el movimiento o fluidez de la muestra se toma como el punto de fluidez (Pour Point). La temperatura más baja y la evaluación de las características del flujo en intervalos de 3 °C se efectúa por medio de un termómetro de líquido en vidrio de un rango determinado para las temperaturas de enfriamiento.

5.11 IMPORTANCIA DE REALIZAR LA CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO BAJO LA NORMA ASTM E77-14.

Actualmente podemos encontrar en el mundo diversos organismos de normalización que se encargan publicar reglamentos y normas para realizar análisis y procedimientos de diversos campos científicos y de ingeniería. La ASTM o ASTM International es una organización de normas internacionales que desarrolla y publica acuerdos voluntarios de normas técnicas para una amplia gama de materiales, productos, sistemas, servicios, análisis y procedimientos. Dentro de todo su compendio normativo esta entidad ha emitido una norma que es aplicativa al campo de la metrología, la cual es fundamental para realizar la calibración y verificación de termómetros de líquido en vidrio.

Realizar la calibración de un instrumento de medición de temperatura como lo es el termómetro de líquido en vidrio, ajustado a la norma ASTM E77-14 la cual indica el método de prueba estándar para la inspección y verificación de termómetros es fundamental, ya que si cumplen las instrucciones que dicta esta norma se garantiza una calibración y verificación de calidad, trazable a procedimientos internacionales, procedimientos de laboratorios primarios y nacionales, además la confiabilidad del proceso es segura debido a que la norma es un procedimiento validado por entes internacionales de acreditación.

Ejecutar la calibración del termómetro de líquido en vidrio bajo la norma internacional ASTM E77-14 es de suma importancia para garantizar en primera instancia que los valores de las mediciones indicados por el termómetro son valores reales, confiables, trazables a patrones internacionales y con un grado de incertidumbre que se encuentra dentro de los criterios de conformidad. En segunda instancia se garantiza que las fuentes causantes de incertidumbre dentro del proceso fueron minimizada y controladas debido a las técnicas y conceptos que indica la norma. En tercera instancia se garantiza que los equipos empleados en la calibración tales como termómetros patrones y baños isotérmicos son equipos que cuentan con un alto grado de exactitud y precisión en los valores medidos y generados.

Calibrar bajo esta norma en un último fin solo busca garantizar la trazabilidad, confiabilidad, exactitud y precisión del procedimiento y de los datos obtenidos en él, para que de esta manera el instrumento de medición de temperatura este en óptimas condiciones para una adecuada utilización, además para proteger los intereses del propietario del termómetro y de los clientes que están detrás de la calibración para que sus utilidades económicas se maximicen y los resultados de los análisis o pruebas en los cuales se emplea el instrumento de medición de temperatura sean los más confiables.

5.12 CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO EN LABORATORIOS DE METROLOGÍA ACREDITADOS Y NO ACREDITADOS.

Muchos laboratorios de metrología para garantizar la calidad en la prestación de sus servicios de calibración optan por acreditarse bajo normas especiales para laboratorios de ensayo y calibración. La norma ISO 17025 es una norma técnica que reglamenta los parámetros necesarios para que un laboratorio de calibración pueda ofrecer a sus cliente servicios con altos estándares de calidad garantizando así la confiabilidad en las mediciones, caso contrario ocurre con otros laboratorios de metrología que no se encuentran acreditados lo cual puede indicar que la calidad de los servicios ofrecidos por este tipo de laboratorios no son en base a altos estándares de calidad y el resultado de las mediciones no sería el más confiable.

Realizar la calibración de un termómetro de liquido en vidrio en un laboratorio de metrología que este acreditado bajo la norma ISO 17025 y certificado por un organismo de acreditación es un indicio de que el proceso de calibración cumplirá con estándares de calidad y confiabilidad, lo que se traduciría en que las mediciones obtenidas con el instrumento calibrado estarán dentro de los criterios de conformidad e incertidumbre. Los laboratorios acreditados cumplen con parámetros técnicos tales como condiciones ambientales estables tanto de temperatura, humedad relativa, presión atmosférica entre otras, los niveles de luminosidad están en los valores adecuados, los niveles de ruido son los precisos para que no afecten en las calibraciones y las vibraciones en las áreas de calibración son mínimas. Además, los equipos y patrones, métodos para la estimación de incertidumbre y formatos de medición y recolección de datos utilizados en los procesos de calibración son avalados por organismos de acreditación lo cual garantiza que los resultados obtenidos por medio del proceso de calibración trazables a procesos de calibración de laboratorios nacionales e internacionales.

Realizar la calibración del termómetro de liquido en vidrio en un laboratorio que no esté acreditado bajo la norma ISO 17025 y certificado por un organismo de acreditación indicaría que el proceso de calibración no es el más confiable, por lo cual el resultado de las mediciones realizadas con el instrumento sometido a calibración no podrían estar dentro de los criterios de conformidad e incertidumbre, y si estarían dentro de los criterios de conformidad en incertidumbre los valores no serían trazables a laboratorios de mayor nivel. Un laboratorio que no esté acreditado no garantiza que los procesos de calibración sean de calidad por lo que los intereses del cliente se verían perjudicados.

5.13 CALIBRACIÓN DE UN TERMÓMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO DE REFERENCIA ASTM 12F.

En el capítulo cinco se presentó la calibración del termómetro de líquido en vidrio y las herramientas, documentos, equipos de prueba y patrones que se deben utilizar para una calibración de un instrumento de este tipo. Se utilizaron dos patrones con los cuales se podía conocer el valor de la temperatura, la homogeneidad del medio, que en este caso es un medio isotérmico en donde se encuentran las partes sensibles de los termómetros a calibrar.

Se pudo evidenciar en el desarrollo del capítulo que para la calibración era importante conocer el o los valores de temperatura a medir, también se debía conocer la longitud de inmersión de los patrones y del termómetro bajo prueba; para una correcta utilización de los termómetros y el medio utilizado durante la calibración, es necesario conocer su funcionamiento y condiciones previas para una correcta operación.

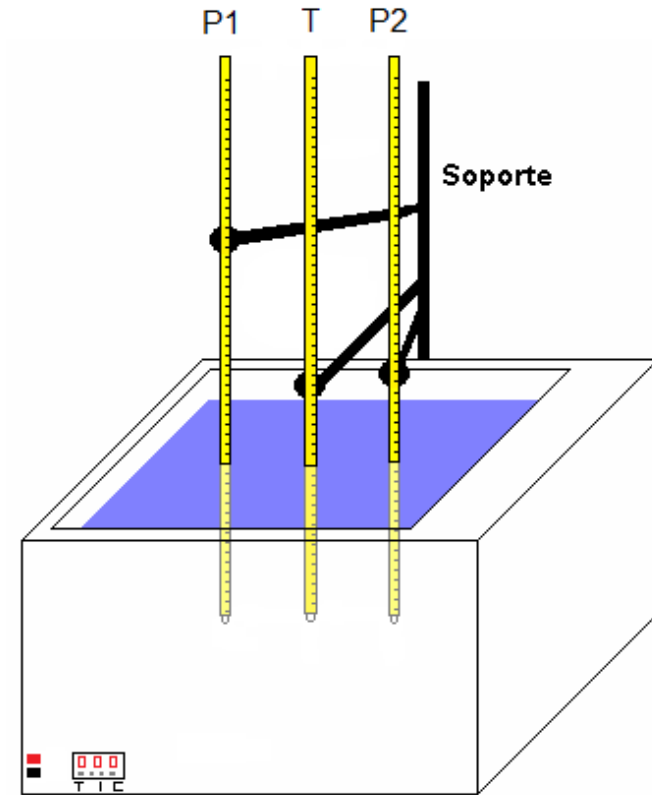
A continuación, se presentará un ejemplo de calibración de un termómetro de líquido en vidrio, utilizando un medio de comparación isotérmico líquido y dos patrones de referencia.

Se realizará la calibración de un termómetro de líquido en vidrio a 60 °F con división de escala de 1 °F y apreciación de 0,5.

Se utilizarán dos patrones, uno digital con un sensor PT 100 de rango -40 °F a 750 °F, y el segundo un termómetro de líquido en vidrio con rango de 0°F a 500°F.

Como medio de calibración se utilizará un medio de comparación isotérmico líquido con control de temperatura y agitación, el líquido isotérmico será agua.

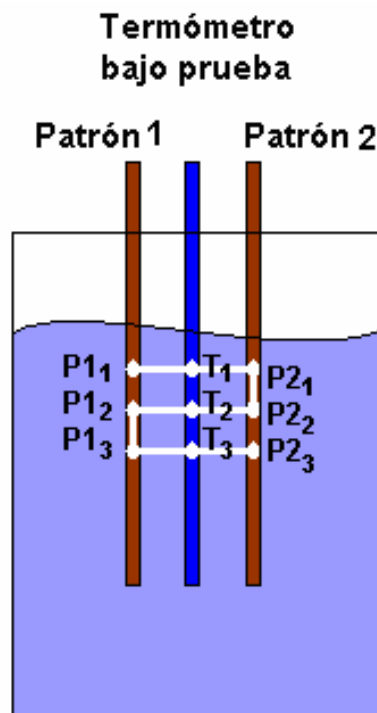
Figura 15. Ejemplo del montaje de la calibración.



Fuente: Autor de la monografía.

El ciclo de medición se representa en la figura 16 con el siguiente orden: Lectura Patrón 1, Lectura Termómetro bajo prueba, Lectura Patrón 2, Lectura Patrón 2, Lectura Termómetro bajo prueba, Lectura Patrón 1, Lectura Patrón 1, Lectura Termómetro bajo prueba.

Figura 16. Ciclo de medición durante el proceso de calibración.



Fuente: Tomado de Corporación Metrología y Calidad – CMC Ltda. Curso virtual de temperatura CV-05.

La cantidad de lecturas “n” debe ser como mínimo tres, con el fin de tener una muestra representativa, el máximo lo establece el mismo proceso de medición, dependiendo de la estabilidad del medio y el comportamiento de los equipos.

Tabla 5. Registro de lecturas.

Serie de Lecturas	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
Patrón 1 (°C)	60.112	60.211	60.123
Instrumento (°C)	60	60	60
Patrón 2 (°C)	60.1	60.3	60.2

Fuente: Autor de la monografía.

De acuerdo a la información presentada en la Tabla 5 se realizará el tratamiento de datos y cálculo de errores mencionados en el capítulo 5.

Se deberá tener en cuenta para los siguientes cálculos la denominación de las siguientes variables:

- **EI**=Error del instrumento
- **P1**=Promedio patron1
- **P2**=Promedio patron2
- **I**=Promedio del instrumento
- **H**=Homogeneidad del medio
- **E**=Error de medida
- **C**=Corrección

El **promedio del patrón 1 (P1)** está dado por la ecuación 2 mencionada en el capítulo cinco.

$$P1 = (P1.1+P1.2+P1.3...+P1.n)/n$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$P1 = (60.112+60.211+60.123)/3$$

$$P1 = 60.1486$$

El **promedio del patrón 2 (P2)** está dado por la ecuación 3 mencionada en el capítulo cinco.

$$P2= (P2.1+P2.2+P2.3...+P2.n)/n$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$P2 = (60.1+60.3+60.2)/3$$

$$P2 = 60.2$$

El **promedio del instrumento (I)** está dado por la ecuación 4 mencionada en el capítulo cinco.

$$I = (T1+T2+T3...+Tn)/n$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$I = (60+60+60)/3$$

$$I = 60$$

El **error del instrumento (EI)** está dado por la ecuación 1 mencionada en el capítulo cinco.

$$\text{EI} = \text{Promedio lecturas Termómetro de prueba} - (\text{Promedio Lecturas Patrón 1} + \text{Promedio Lecturas Patrón 2}) / 2$$

$$\text{EI} = ((T_1 + T_2 + T_3 \dots + T_n) / n) - [((P_{11} + P_{12} + P_{13} \dots + P_{1n}) / n) + ((P_{21} + P_{22} + P_{23} \dots + P_{2n}) / n)] / 2$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$\text{EI} = I - ((P_1 + P_2) / 2)$$

$$\text{EI} = 60 - 60.1743$$

$$\text{EI} = -0.1743 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La **homogeneidad del medio isotérmico (H)** está dada por la ecuación 5 mencionada en el capítulo cinco.

$$\text{H} = |P_1 - P_2|$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$\text{H} = |60.1486 - 60.2|$$

$$\text{H} = 0.0514$$

El **error (E)** está dado por la ecuación 6 mencionada en el capítulo cinco.

$$\text{E} = I - ((P_1 + P_2) / 2)$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$\text{E} = 60 - ((60.1486 + 60.2) / 2)$$

$$\text{E} = 60 - (60.1743)$$

$$\text{E} = -0.1743$$

La **corrección (C)** está dada por la ecuación 7 mencionada en el capítulo cinco.

$$\mathbf{C = Error * (-1)}$$

Se calculará de la siguiente manera:

$$C = -0.1743 * (-1)$$

$$C = 0.1743$$

CONCLUSIÓN

El petróleo crudo es una fuente de energía fósil muy utilizada actualmente para obtener materias primas que sirven para la elaboración de muchos productos necesarios para la vida cotidiana. Antes de ser procesado y desde el mismo momento de la extracción este hidrocarburo es sometido a diversos análisis y pruebas donde se miden y se caracterizan sus propiedades físico-químicas fundamentales en la valoración comercial y para destinar el crudo a un fin específico de acuerdo a sus propiedades.

La caracterización del petróleo se crudo se realiza por medio de análisis fisico-químicos donde el crudo es sometido a pruebas para medir sus propiedades. La determinación de los grados API ($^{\circ}$ API) es un análisis físico fundamental para caracterizar el crudo, pues a partir de este se puede estimar el valor comercial del crudo, determinar la calidad del mismo, planificar el desarrollo de un campo petrolero y fortalecer la exploración de yacimiento petrolíferos.

La temperatura es una variable física que en el análisis de gravedad API desempeña un papel fundamental, debido a que si esta aumenta el volumen de la muestra que se está analizando también aumenta, por lo tanto, la medición de esta variable en el análisis de gravedad API es fundamental. Es por eso que el termómetro de líquido en vidrio de referencia ASTM 12F es un instrumento que merece cuidado especial, pues de él depende la indicación de temperatura para posteriormente realizar el cálculo de grados API y reportar un API correcto, para que el crudo puede recibir sus atribuciones de calidad y una valoración comercial real.

Para realizar la calibración de este instrumento de medición de temperatura es necesario contar con equipos patrones como termómetros de mayor exactitud y equipos que generen calor para poder calibrar el termómetro en los puntos exigidos por el cliente, este equipo de generación de calor por lo general es un medio isotérmico líquido el cual cuenta con un sistema de control de temperatura, un calentador, un sistema de agitación por medio de aspas y un líquido que está en contacto con el termómetro a calibrar. La utilización del tipo de líquido depende del rango de calibración que se vaya a manejar.

La calibración es un proceso en el cual se someten dos instrumentos de medición a una comparación, en la cual un instrumento se denomina patrón y el otro

instrumento se denomina equipo bajo prueba. Este procedimiento es muy importante en instrumentos de medición de temperatura debido a que este permite conocer el grado de incertidumbre o error de medida que presenta el equipo bajo prueba respecto al patrón, para posteriormente conocer cuál es la corrección de temperatura que se le debe aplicar a la lectura.

RECOMENDACIONES

De acuerdo a la información descrita anteriormente sobre el proceso de calibración de un termómetro de líquido en vidrio empleando un medio de comparación isotérmico líquido es conveniente aplicarla en laboratorios de metrología donde se realicen calibraciones de la variable física de temperatura y el rango de calibración de los equipos del laboratorio sea mayor al rango de operación del termómetro o igual.

Laboratorios nacionales de metrología como el INM de Colombia, el CEM de España, el CENAM de México entre otros son laboratorios de metrología donde se encuentran los patrones nacionales trazables a los patrones internacionales. Por lo tanto, estos laboratorios pueden aplicar los pasos de calibración para los termómetros de líquido en vidrio descritos en el anterior trabajo.

Este tipo de procedimientos de calibración es aplicable a laboratorios de nivel intermedio, tal como los laboratorios de universidades, centros de investigación y similares, que se valen de la metrología y las calibraciones para garantizar la calidad de sus investigaciones y productos.

Los laboratorios secundarios de metrología donde se prestan servicios de calibración a organizaciones empresariales y terceros se les sugiere que apliquen el proceso de calibración descrito anteriormente, pues es un proceso de calibración basado en los principios teóricos y técnicos que dicta la ASTM, lo cual permite garantizar que el procedimiento es normalizado y que los procesos que este indica que se ejecuten se pueden desarrollar en este tipo de laboratorios secundarios debido a que cuentan con las instalaciones adecuadas, condiciones ambientales necesarias para desarrollar la calibración, los equipos y patrones esenciales para desarrollar el proceso de calibración hasta que es emitido el certificado de calibración o carta de trazabilidad. La aplicación de los pasos descritos anteriormente en laboratorios de calibración secundarios que tengan alcance para la variable física de temperatura les garantiza que las estimaciones de datos básicos de incertidumbre obtenidos a partir del proceso de calibración van a ser exactos y precisos.

Los laboratorios de calibración o verificación industriales presentes dentro de las organizaciones empresariales pueden aplicar este procedimiento, lo cual les garantiza calidad y confiabilidad en el proceso de verificación. Aplicando

correctamente los pasos de calibración descritos en estos laboratorios industriales, las empresas garantizan que el control de calidad en sus líneas de producción y en el producto final terminado es de confiabilidad.

BIBLIOGRAFÍA

CREUS SOLE, Antonio. Instrumentación Industrial. Barcelona, España. Editorial MARCOMBO. Septiembre de 2010. Octava edición. Pag 236.

CREUS SOLE, Antonio. Instrumentos Industriales, Su Ajuste y Calibración. Barcelona, España. Editorial MARCOMBO. Abril de 2009. Tercera edición. Pag 197.

ASOCIACIÓN AMERICANA DE ENSAYO DE MATERIALES. Método de prueba estándar para la inspección y verificación de termómetros. E77-14. West Conshohocken, 2017.

ASOCIACIÓN AMERICANA DE ENSAYO DE MATERIALES. Método de Prueba Estándar para Densidad, Densidad Relativa (Gravedad Específica), o Gravedad API del Petróleo y Productos Líquidos de Petróleo por el Método del Hidrómetro. 1298-12b. West Conshohocken, 2005.

CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Vocabulario internacional de metrología. Tercera edición. Madrid, 2012.

PACHECO CHAVIRA, Jesús. Medición y Control en Procesos Industriales. México D.F. Editorial Trillas. 2010. Volumen 1. Pag 72.

ACEDO SANCHEZ, José. Instrumentación y Control Avanzado de Procesos. España. Editorial Díaz Santos. Febrero de 2013. Volumen 1. Pag 123.

ACEDO SANCHEZ, José. Instrumentación y Control Básico de Procesos. España. Editorial Díaz Santos. 2006. Volumen 1. Pag 273.

CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Procedimiento th-004 para la Calibración por Comparación de Termómetros de Columna de Líquido. Segunda edición. Madrid. 2008.

OREJUELA PARRA, Paola. Caracterización de la Gravedad API en el Campo Lisama (Cuenca Valle Medio del Magdalena) a Partir de la Pirolisis RcoK-Eval VI. Trabajo de Grado de Geólogo. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Físico-Químicas. Escuela de Geología. 2010. 37 p.

CIBERGRAFIA

<http://documents.mx/documents/astm-d-1298-espanol-api.html>

<https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/21226/METODOLOG%C3%8DA%20Y%20CALIBRACI%C3%93N%20DE%20VARIABLES%20DE%20CONTR OL%20UTILIZADAS%20EN%20SISTEMAS%20NAVALES%20E%20INDUSTRIAL ES.pdf?sequence=1>

http://www.isotechna.com/v/vspfiles/pdf_articles/Fundamentos-ISOTECH.pdf

ANEXOS

ANEXO A. PROCEDIMIENTO TH-004 PARA LA CALIBRACIÓN POR COMPARACIÓN DE TERMÓMETROS DE COLUMNA DELÍQUIDO.

1. Procedimiento de calibración recomendado para la calibración de un termómetro de líquido en vidrio utilizado en el análisis de gravedad API.

CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA Designación TH-004

PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO.

1. OBJETO

Este procedimiento tiene por finalidad establecer y definir la sistemática a seguir en las calibraciones de termómetros de columna de líquido de precisión, por comparación en baños de líquido de temperatura controlada a inmersión total.

Según la clasificación de instrumentos de Metrología de Temperatura [1] su código de identificación es el 05.11.

2. ALCANCE

Este procedimiento afecta a todos los termómetros de columna de líquido de inmersión total, que se calibran en baños de temperatura controlada, habitualmente de alcohol, agua destilada, aceites o sales, lo que cubre un rango de temperaturas de -80 °C a 500 °C. La calibración de los termómetros se realizará con referencia a termómetros patrón calibrados con referencia a la Escala Internacional de Temperatura de 1990, EIT-90 [2].