

H
**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2774 - 93**

**ACEITES LUBRICANTES
PARA MOTOR.
DETERMINACIÓN DEL
ESFUERZO LÍMITE Y LA
VISCOSIDAD APARENTE A
BAJA TEMPERATURA**



TRAMITE

COMITE TECNICO DE CT4

PRESIDENTE:

SECRETARIA:

SUBCOMITE TECNICO CT4/SC5:

COORDINADORA:

PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS

JESUS GONZALEZ ESCOBAR

MARGARITA LAFRATTA

METODOS DE ENSAYO

MARGARITA LAFRATTA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

CORPOVEN, S.A.

INTEVEP, S.A.

LAGOVEN, S.A.

MARAVEN, S.A.

MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS

REPRESENTANTES

OSCAR GALINDEZ

GUILLERMO RODRIGUEZ

JOSE CASTILLO

MARIELIA DOMINGUEZ

RODRIGO MARQUEZ

YASMINA MUJICA

MARIA MERCEDES MARIÑAN

ISIDORO RODRIGUEZ

VIRGILIO ZAPATA

RITA MEDINA

JESUS GONZALEZ ESCOBAR

FECHA A DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 19.02.92

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 30.03.93

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 09.06.93

NORMA VENEZOLANA
ACEITES LUBRICANTES PARA MOTOR
DETERMINACION DEL ESFUERZO LIMITE Y LA
VISCOSIDAD APARENTE A BAJA TEMPERATURA

COVENIN
2774-93

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta Norma Venezolana establece el método para determinar el esfuerzo límite y la viscosidad de los aceites multigrado para motor después del enfriamiento a velocidades controladas por un período superior a 45 h a la temperatura final de la prueba entre -15°C y -30°C . La aplicabilidad de este método a otros productos de petróleo, diferentes a los aceites para motores, no ha sido determinada.

2.2 Este método utiliza el centipoise (cP) como unidad de viscosidad.

3 DEFINICIONES

3.1 VISCOSIDAD APARENTE.

Es la viscosidad determinada por el método aquí descrito (véase el punto 7.2.4.1).

3.2 ACEITE O FLUIDO NEWTONIANO.

Es un aceite o fluido, que a una temperatura dada, no varía su viscosidad a todas las velocidades o a los esfuerzos de corte.

3.3 ACEITE O FLUIDO NO NEWTONIANO.

Es un aceite o fluido, que a una temperatura dada, varía su viscosidad con la velocidad de corte o con el esfuerzo cortante.

3.4 VELOCIDAD DE CORTE.

Es el gradiente de velocidad en el flujo de un fluido. Para un fluido newtoniano colocado en un viscosímetro rotatorio cilíndrico concéntrico en el cual el esfuerzo cortante es medido

en la superficie interna del cilindro (véase el punto 5.1) e ignorando cualquier efecto final, la viscosidad de corte está dada por la siguiente ecuación:

$$G_r = 2 (\Omega) R_s^2 / R_s^2 - R_r^2$$

$$G_r = 4 (\pi) R_s^2 / t (R_s^2 - R_r^2)$$

donde:

G_r = Velocidad de corte en la superficie del rotor, s^{-1} .

Ω = Velocidad angular, rad/s.

R_s = Radio del estator, mm.

R_r = Radio del rotor, mm.

t = tiempo para una revolución del rotor, s.

Para el equipo específico descrito en el punto 5.1.1

$$G_r = 63 / t$$

3.5 ESFUERZO CORTANTE.

Es la fuerza ejercida por unidad de área para el flujo del fluido. Para el viscosímetro rotatorio que se describe en el punto 5.1, la superficie del rotor es el área bajo corte o el área de corte.

$$T_r = 9,81 M (R_o + R_t) \times 10^{-6}$$

$$S_r = (T_r / 2 (\pi) R_r^2 h) \times 10^9$$

donde:

T_r = Torque aplicado al rotor, N.m.

M = Masa aplicada, g.

R_o = Radio del eje, mm.

R_t = Radio de la cuerda, mm.

S_r = Esfuerzo cortante en la superficie del rotor, Pa.

h = altura del rotor, mm.

Para el equipo con las dimensiones dadas en el punto 5.1.1.

$$T_r = 31,7 \text{ M} \times 10^{-6}$$

$$S_r = 3,5 \text{ m}$$

3.6 VISCOSIDAD.

Es la relación entre el esfuerzo cortante aplicado y la velocidad de corte, se conoce también como coeficiente de viscosidad dinámica. Por lo tanto, este valor es una medida de la resistencia a fluir que ofrece el líquido. En el Sistema Internacional (SI) la unidad de viscosidad es el Pascal-segundo (Pa.s). Un centipoise (cP) es igual a un milipascal-segundo (mPa.s).

3.7 TEMPERATURA LIMITE DE BOMBEO.

Es la temperatura máxima a la cual ocurre el esfuerzo cortante crítico (35 Pa) o la viscosidad crítica (30000 cP).

3.8 ACEITES PARA CALIBRACION.

Son aquellos aceites utilizados para establecer las curvas de calibración de las viscosidades aparentes contra la velocidad del rotor, a partir de las cuales se obtienen las viscosidades aparentes de los aceites de prueba. Los aceites para calibración son esencialmente fluidos newtonianos y se encuentran disponibles comercialmente con una viscosidad aproximada de 30000 cP a -20°C.

3.9 ACEITES DE PRUEBA.

Es cualquier aceite multigrado cuya viscosidad aparente o esfuerzo límite se desee determinar por este método.

3.10 ESFUERZO LIMITE.

Es el esfuerzo cortante que se requiere para iniciar el flujo. Para todos los fluidos newtonianos y algunos fluidos no-newtonianos el esfuerzo límite requerido es cero. Un aceite para motor puede tener un esfuerzo cortante que es función de su velocidad de enfriamiento a bajas temperaturas, tiempo de inmersión y la temperatura. El esfuerzo límite medido por este método es determinado sólo si el aceite de prueba tiene un esfuerzo límite hasta 35 Pa, un esfuerzo menor es considerado despreciable.

precisión y resolución para calibrar el sensor de temperatura.

5.4 DISPOSITIVO PARA REFRIGERACION.

Capaz de mantener un refrigerante (tal como metanol) a temperaturas 10°C por debajo de la temperatura más baja de prueba.

5.5 SISTEMA CIRCULANTE.

Capaz de circular el líquido refrigerante en el bloque y deberá ser capaz de mantener la temperatura de prueba durante el ensayo.

5.6 REGISTRADOR DE PAPEL.

Capaz de verificar la curva correcta de enfriamiento.

6 REACTIVOS Y MATERIALES

6.1 ACEITES NEWTONIANOS, con un bajo punto de nube y con una viscosidad aproximada de 30000 cP a -20°C .

6.2 METANOL. **Precaución:** tóxico, manéjese con cuidado.

6.3 DISOLVENTE. n-heptano o cualquier disolvente equivalente

6.4 ACETONA.

NOTA 5. Se requiere una muestra representativa del aceite de prueba libre de material sólido en suspensión y de agua.

NOTA 6. Si al recibir la muestra para la prueba, la temperatura dentro del envase está por debajo del punto de condensación atmosférico del lugar donde se realizará el ensayo, deberá calentarse la muestra a la temperatura del mismo antes de abrir el envase que la contiene, para evitar condensación dentro del mismo.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 CALIBRACION.

7.1.1 El sensor de temperatura se debe calibrar mientras esté adherido al controlador de temperatura. El sensor de temperatura deberá ser verificado utilizando el termómetro de

referencia entre $+5^{\circ}\text{C}$ y -36°C a las tres temperaturas mínimas. Las medidas de temperatura se deben efectuar independientemente hasta 5°C para establecer la curva de calibración para esta combinación del sensor de temperatura y del controlador. Se debe verificar periódicamente la temperatura del sensor utilizando el punto de hielo del agua como punto de referencia. Si la temperatura del sensor se desvía en más $0,1^{\circ}\text{C}$, se debe repetir el procedimiento de calibración antes descrito.

7.1.2 La calibración de cada celda viscométrica (constantes de viscosidad) puede ser determinada utilizando un patrón de viscosidad de acuerdo al siguiente procedimiento a -20°C .

7.1.2.1 Se siguen los pasos descritos en 7.2.2 a 7.2.2.5.

7.1.2.2 Se programa el controlador de temperatura para enfriar el bloque del viscosímetro mini-rotatorio a -20°C en 1 h o menos.

7.1.2.3 Se coloca el aceite en la celda y se mantiene a $-20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ por lo menos por 1 h, haciendo pequeños ajustes de temperaturas de ser necesario para mantener la temperatura de prueba.

7.1.2.4 Al finalizar el período de 1 h se registra la lectura de la temperatura (temperatura de prueba) y se remueve la cubierta de las celdas viscométricas.

7.1.2.5 Se continúa con los pasos descritos desde 7.2.3 hasta 7.2.3.2.

7.1.2.6 Se realiza el paso señalado en 7.2.4.

7.1.2.7 Se repiten los pasos 7.1.2.5 y 7.1.2.6 para cada una de las celdas restantes, tomando las celdas de izquierda a derecha.

7.1.2.8 Se calcula la constante viscométrica para cada celda (combinación rotor-estator) utilizando la siguiente ecuación:

$$C = \eta_0 / t$$

donde:

η_0 = Viscosidad del aceite patrón a -20°C , cP.

C = Constante de la celda con una masa de 150 g, Pa

t = Tiempo para tres revoluciones completas, s.

7.1.3 Es importante que sea medido inicial y periódicamente el punto de hielo con el termómetro calibrado y con el sensor de temperatura. Si se observa cualquier cambio en la calibración en el punto de hielo en la temperatura de la combinación controlador-sensor, debe recalibrarse de nuevo de acuerdo al procedimiento descrito en 7.1.1.

7.1.4 Periódicamente se debe verificar la velocidad de enfriamiento de manera de asegurarse que el programa prescrito está de acuerdo a lo que señala la tabla 1 ó 2. Para ello se debe monitorear continuamente el perfil de temperatura, además es muy recomendable hacerlo estrictamente a temperaturas por debajo de 0°C, ya que desviaciones respecto a los valores de las tablas 1 ó 2 pueden causar resultados incorrectos en la prueba.

7.2 TECNICA DE ENSAYO.

7.2.1 Se programa el controlador de temperatura para controlar la temperatura del bloque del viscosímetro mini-rotatorio, de acuerdo a lo señalado en las tablas 1 ó 2. La temperatura programada deberá ser la temperatura indicada en la tabla 1 ó 2 más el factor de corrección apropiado determinado en 7.1.1.

7.2.2 Preparación de la muestra y de las celdas viscosimétricas.

7.2.2.1 Se remueven los nueve rotores de las celdas viscosimétricas asegurándose que ambos, las celdas y los rotores estén limpios. Para el procedimiento de limpieza ver 7.2.6.

7.2.2.2 Se coloca en cada celda 10 mL $\pm$ 1,0 mL de la muestra.

7.2.2.3 Se instala el eje superior del rotor en el estator apropiado.

7.2.2.4 Se hace un lazo de 700 mm de largo con el hilo sobre la cruceta en el tope del eje del rotor, y se enrolla 200 mm del hilo alrededor del eje del rotor, cuidando de no sobreponerlo.

Se orienta el rotor de manera tal que la marca del tope del rotor quede apuntando directamente hacia adelante. El hilo puede ser preenrollado alrededor del eje antes de la instalación del rotor indicada en 7.2.2.3.

7.2.2.5 Se coloca la cubierta sobre cada celda para evitar la formación de hielo sobre las partes de metal frío expuestas al aire. Si es necesario se limpia con aire seco la cubierta para minimizar la formación de hielo.

7.2.2.6 Se inicia el perfil de temperatura programada. Se calienta la muestra de aceite a 80°C $\pm$ 1°C, manteniendo esta temperatura durante 2 h.

7.2.2.7 Al finalizar el período de calentamiento de 2 h, se inicia el ciclo de enfriamiento de las muestras de acuerdo a la secuencia programada en 7.2.1.

7.2.2.8 Al finalizar el perfil, la temperatura del bloque deberá estar dentro de $0,2^{\circ}\text{C}$ de la temperatura de ensayo deseada. Si la temperatura del bloque está dentro de este intervalo, se procede con las determinaciones del esfuerzo producido y de la viscosidad aparente dentro de los siguientes 30 min de finalizado el perfil de temperatura.

7.2.2.8.1 Si la temperatura del bloque está de $0,2^{\circ}\text{C}$ a $1,0^{\circ}\text{C}$ más caliente que la temperatura deseada, se debe proceder como sigue: con el controlador de temperatura se lleva la temperatura del bloque a la temperatura correcta de prueba y se mantiene durante 30 min antes de continuar. Esta corrección de temperatura no deberá tomar más de 1 h.

7.2.2.8.2 Si al finalizar la prueba, la temperatura está $0,2^{\circ}\text{C}$ más fría ó $1,0^{\circ}\text{C}$ más caliente que la temperatura preseleccionada para la prueba, entonces la prueba no es válida para la temperatura preseleccionada. Puede medirse el esfuerzo producido y la viscosidad aparente como información, sin hacer ajustes de temperatura. Estos serán característicos de la temperatura actual y no de la temperatura preseleccionada.

7.2.2.9 Si se observan las desviaciones mencionadas en 7.2.2.8.2, puede recalibrarse el sensor de temperatura de acuerdo a 7.1.1.

7.2.3 Medida del esfuerzo límite.

7.2.3.1 Se sigue el procedimiento descrito a continuación para cada celda, comenzando por la celda más alejada de la parte izquierda del equipo.

7.2.3.2 Se alinea la polea con el eje de la celda a ser ensayada, de manera que el hilo se sostenga fuera del frente del envase. Se remueve el hilo de la parte superior del soporte y se coloca cuidadosamente sobre la polea, verificando no perturbar la celda de ensayo.

7.2.3.3 Cuidadosamente, sin perturbar la estructura del gel, se amarra una masa de 10 g al hilo y se suspende suavemente sobre el eje. Si el final de la cruceta no se ha movido más de 3 mm en 15 s (aproximadamente la mitad del diámetro de la cruceta o 13 grados de rotación) se registra que la muestra ha producido el esfuerzo.

NOTA 7. Algunos aceites pueden causar movimientos momentáneos en la cruceta al colocar inicialmente una masa de 10g, en este caso se debe descartar el resultado, si los movimiento no se mantienen por 15 s.

7.2.3.4 Si se observa el esfuerzo límite, se prosigue con 7.2.5.

7.2.4 Medida de la viscosidad aparente.

7.2.4.1 Se amarra una masa de 150 g al hilo y se suspende suavemente al eje. Se acciona el cronómetro cuando la cruceta del eje del rotor apunte directamente hacia adelante. Si la primera media revolución requiere menos de 10 s, se mide y registra el tiempo requerido para completar tres revoluciones. Por otra parte, si el tiempo de la media revolución es mayor de 10 s se registra el tiempo para una revolución, y se indica como tiempo para una revolución. Si en 60 s no se ha completado una revolución se termina la medida, se registra como mayor a 60 s para una revolución y no se debe calcular la viscosidad. Si el tiempo requerido para 3 revoluciones es menor que 4 s, se registran como menor a 4 s.

7.2.5 Se repiten los pasos desde 7.2.3 hasta 7.2.4.1 para cada una de las celdas restantes, en orden de izquierda a derecha.

7.2.6 Limpieza de las celdas

7.2.6.1 Después que se ha finalizado la realización de las pruebas en cada celda, se apaga el control de enfriamiento y se enciende el calentamiento para llevar las celdas a temperatura ambiente o ligeramente más alta. La temperatura no debe exceder los 50°C.

7.2.6.2 Se remueve el eje de cada rotor y los rotores.

7.2.6.3 Con ayuda de vacío, se remueven las muestras de aceite y se enjuagan varias veces con el disolvente, seguido con posteriores lavados con acetona. Se extrae el disolvente de cada celda con ayuda de vacío, se enjuaga nuevamente con acetona y se deja secar.

7.2.6.4 Los rotores se limpian de manera similar.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

La viscosidad aparente de la muestra de aceite, expresada en centipoise, y determinada en una celda de dimensiones constantes, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\eta_a = 3 C t / r$$

donde:

η_a = Viscosidad aparente de la muestra de aceite, cP.

C = Constante de la celda obtenida de la ecuación en 7.1.2.8.

t = Tiempo para un número (r) de revoluciones completas del rotor, s

r = Número de revoluciones por unidad de tiempo.

9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 9.1 Fecha de realización del ensayo.
- 9.2 Nombre del analista.
- 9.3 Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 2774.
- 9.4 Identificación de la muestra.
- 9.5 Resultados parciales y/o finales.

10 PRECISION

10.1 ESFUERZO LIMITE.

No ha sido determinado.

10.2 VISCOSIDAD APARENTE

10.2.1 Repetibilidad. La diferencia entre dos resultados de prueba obtenidos por el mismo operador con el mismo equipo bajo condiciones constantes de operación con material de prueba idéntico, a la larga y bajo operación normal y correcta del método, excederá los siguientes valores sólo en un caso de cada veinte.

TEMPERATURA DE PRUEBA, °C

REPETIBILIDAD, % DE LA MEDIA

-15	4,2
-20	7,3
-25	11,7
-30	9,3

10.2.2 Reproducibilidad. La diferencia entre dos resultados independientes obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios con material de prueba idéntico, a la larga y bajo la operación normal y correcta del método, excederá los siguientes valores sólo en un caso de cada veinte.

TEMPERATURA DE PRUEBA, °C

REPRODUCIBILIDAD, % DE LA MEDIA

15	8,4
-20	12,1
-25	17,5
-30	18,4

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 4684-89 Standard Test Method for Determination of Yield Stress and Apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 05.03, 1992.

TABLA 1

PERFILES DE TEMPERATURA PARA TEMPERATURA DE PRUEBA DE -20°C a -35°C

Tiempo ^a transcurrido h:min	Tiempo segmentado h:min	Segmento de temperatura ^b (Inicial a Final), °C	Veloc. Cambio, °C / h	Variación permitida ^c de T, °C
0:20	0:20 superior	(20 a 80)		
2:20	2:00	(80 a 80)		± 1,0
2:40	0:20	(80 a 0)		
2:43	0:03	(0 a -3,0)		
2:50	0:07	(-3,0 a -4,0)	8,5	± 0,5
3:00	0:10	(-4,0 a -5,0)	6,0	± 0,2
9:00	6:00	(-5,0 a -8,0)	0,5	± 0,2
45:00	36:00	(-8,0 a -20,0)	0,33	± 0,2

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -20°C^d

47:00	2:00	(-20,0 a -25,0)	2,5	± 0,2
-------	------	-----------------	-----	-------

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -25°C^d

49:00	2:00	(-25,0 a -30,0)	2,5	± 0,2
-------	------	-----------------	-----	-------

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -30°C^d

51:00	2:00	(-30,0 a -35,0)	2,5	± 0,2
-------	------	-----------------	-----	-------

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -35°C^d

a: Al finalizar el segmento de tiempo

b: Si se utiliza el concepto de doble circuito, la temperatura del baño debería estar 5°C por debajo de la temperatura del bloque. La temperatura máxima del baño no debería exceder de -5,0°C.

c: Mantener las variaciones de temperatura menores a ± 0,1°C, mejora la precisión y la reproducibilidad de las medidas de viscosidad.

d: Las medidas del esfuerzo límite y de la viscosidad aparente deberán ser hechas dentro de los siguientes 30 min de iniciada la temperatura de prueba.

TABLA 2

PERFILES DE TEMPERATURA PARA TEMPERATURA DE PRUEBA DE -10°C a -15°C

Tiempo ^a transcurrido h:min	Tiempo segmentado h:min	Segmento de temperatura ^b (Inicial a Final), °C	Veloc. Cambio, °C / h	Variación permitida ^c de T, °C
0:20	0:20 superior	(20 a 80)		± 1,0
2:20	2:00	(80 a 80)		
2:40	0:20	(80 a 10)		
2:43	0:03	(10 a 7,0)		
2:50	0:07	(7,0 a 6,0)	8,5	± 0,5
3:00	0:10	(6,0 a 5,0)	6,0	± 0,2
9:00	6:00	(5,0 a 2,0)	0,5	± 0,2
45:00	36:00	(2,0 a -10,0)	0,33	± 0,2

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -10°C^d

47:00	2:00	(-10,0 a -15,0)	2,5	± 0,2
-------	------	-----------------	-----	-------

Detenerse en este punto para la temperatura de prueba a -15°C^d

a: Al finalizar el segmento de tiempo.

b: Si se utiliza el concepto de doble circuito, la temperatura del baño debería estar 5°C por debajo de la temperatura del bloque. La temperatura máxima del baño no debería exceder de -5,0°C.

c: Mantener las variaciones de temperatura menores a ± 0,1°C, mejora la precisión y la reproducibilidad de las medidas de viscosidad.

d: Las medidas del esfuerzo límite y de la viscosidad aparente deberán ser hechas dentro de los siguientes 30 min de iniciada la temperatura de prueba.

COVENIN
2774 - 93

CATEGORÍA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común piso 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

ISBN: 980-06-1101-0

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

CDU: 665.76:621.892:532.13

Descriptores: Aceite, lubricante, esfuerzo, límite, viscosidad, ensayo a baja temperatura,
ensayo térmico