



MT - DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM
DIRETORIA DE DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO - IPR
DIVISÃO DE CAPACITAÇÃO TECNOLÓGICA
Rodovia Presidente Dutra km 163 - Centro Rodoviário, Parada de Lucas
Rio de Janeiro, RJ - CEP 21240-330
Norma rodoviária
Método de Ensaio
DNER-ME 009/98
p. 01/07

Petróleo e derivados - determinação da densidade - método do densímetro

RESUMO

Este documento estabelece o procedimento a ser usado na determinação, pelo método do densímetro, da densidade relativa de petróleo, de seus derivados, ou de misturas destes com produtos não derivados de petróleo, que sejam normalmente líquidos, e tendo uma pressão de vapor Reid de 1,8 kg ou menos. Apresenta também a aparelhagem, definições, ensaio, e as condições para obtenção dos resultados e precisão.

ABSTRACT

This document presents the procedure for determination of the relative specific gravity of petroleum, of its derivatives or mixtures of them with non-derivated products, having a Reid vapour pressure value equal to 1,8 kg or less. It presents also apparatus, testing, and conditions for obtaining results and precision.

SUMÁRIO

- 0 Prefácio
- 1 Objetivo
- 2 Referências
- 3 Definições

- 4 Aparelhagem
- 5 Execução do ensaio
- 6 Resultados
- 7 Precisão

0 PREFÁCIO

Esta Norma tem por fim a substituição da DNER-ME 009/94, que adotava a ABNT NBR 7148/92 no DNER pelo Processo de Referência, por outro texto descritivo correspondente, em conformidade com a DNER-PRO 101/97.

1 OBJETIVO

1.1 Fixar o modo de se proceder a determinação da densidade relativa de petróleo, de seus derivados, ou de misturas destes com produtos não derivados de petróleo, que sejam normalmente líquidos, e tendo uma pressão de vapor Reid de 1,8 kg ou menos. O método utiliza densímetros de vidro, sendo as leituras feitas a 20 °C ou uma temperatura conveniente e os resultados convertidos àquela temperatura de referência por meio de tabelas-padrão.

Macrodescriptores MT : ensaio em laboratório, petróleo

Microdescriptores DNER : densidade, densímetro, ensaio em laboratório, petróleo

Palavras-chave IRRD/IPR : densidade (5908), ensaio (6255), petróleo (7398)

Descritores SINORTEC : densidade, densímetros, ensaio de laboratório

Aprovada pelo Conselho Administrativo em 03/09/98, Resolução nº 31/98, Sessão nº CA/13/98

Autor : DNER/DrDTc (IPR) Revisão da DNER-ME 009/94 e

Processo nº 5110005808/98.18 Adaptação à DNER-PRO 101/97

1.2 O método do densímetro é mais indicado para determinar massa específica ou densidade de líquidos transparentes e não viscosos. Pode, também, ser usado para óleos viscosos, deixando-se o densímetro mergulhado na amostra o tempo suficiente para atingir o equilíbrio, ou para óleos opacos, utilizando-se correção adequada do menisco.

1.3 Quando usado em conexão com medidas de óleo a granel, os erros decorrentes da correção de volume serão diminuídos, fazendo-se a leitura do densímetro em temperatura próxima à temperatura do óleo.

2 REFERÊNCIAS

2.1 Norma complementar

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

ABNT NBR-7148/92 - Petróleo e derivados - determinação da densidade - método do densímetro.

2.2 Referências bibliográficas

No preparo desta Norma foram consultados os seguintes documentos:

- a) Portaria 34/62 do INPM (absorvido pelo SINMETRO) - Especificação de densímetro e seus derivados líquidos, de acordo com a Portaria nº 204 do Ministro da Indústria e Comércio, de 05/10/62;
- b) Resolução 6/70 do CNP - Tabelas de correção das densidades e dos volumes dos produtos de petróleo;
- c) ASTM E 1-76 - Specification for ASTM Thermometers.

3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições de 3.1 e 3.2.

3.1 Densidade relativa

Relação entre a massa específica de dado volume de material e a massa específica de igual volume de água. A temperatura de referência para a amostra é de 20°C e para a água é de 4°C, devendo o resultado, portanto, ser expresso como densidade a 20°C/4°C.

3.2 Densidade absoluta

Definida como sendo a massa (peso no vácuo) de um líquido por unidade de volume. Na apresentação dos resultados, exprime-se a densidade absoluta em unidades de massa (g) e volume (cm³) com a indicação da temperatura em que foi feita a determinação. Por exemplo g/cm³ a 20°C.

4 APARELHAGEM

4.1 Densímetros

Devem ser de vidro, com haste graduada em densidade, de acordo com a especificação constante na Portaria 34/62 do INPM.

4.2 Termômetro

Deve ser usado o termômetro tipo ASTM 12C, conforme ASTM E1.

4.3 Proveta

Deve ter diâmetro pelo menos 2,5 cm maior que o diâmetro máximo do densímetro, e altura suficiente para conter amostra em nível tal que o densímetro em equilíbrio fique com sua extremidade inferior a pelo menos 2,5 cm acima do fundo da proveta.

4.4 Banho de temperatura constante

Deve ser usado um banho de dimensões adequadas para conter a proveta quando a natureza da amostra exigir uma temperatura de ensaio muito acima ou muito abaixo da temperatura ambiente, ou as prescrições de 5.2.7 não puderem ser conseguidas com este recurso.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Resumo do ensaio

A amostra levada à temperatura prescrita é transferida para uma proveta que deve estar aproximadamente à mesma temperatura. O densímetro conveniente é mergulhado na amostra e deixado flutuar. Após alcançar a temperatura de equilíbrio, é feita a leitura da escala e anotada a temperatura da amostra. Se necessário, a proveta e seu conteúdo são colocados em um banho termostático, para evitar variações excessivas de temperatura durante o ensaio.

5.2 Ensaio

5.2.1 Ajustar a temperatura da amostra de acordo com a Tabela e levar a aparelhagem aproximadamente à mesma temperatura da amostra.

5.2.1.1 A determinação é mais precisa quando efetuada a 20°C ou próximo desta temperatura de referência. O ensaio, entretanto, pode ser realizado entre - 18°C e + 90°C, desde que a temperatura adotada seja compatível com a natureza da amostra e obedeça às condições da Tabela.

Tabela - Condições de limitação e temperatura do ensaio

Tipo de amostra	P.I. ebulição	Outros limites	Temperatura do ensaio
Altamente voláteis	—	P.V.Reid abaixo de 1,8 kg	Resfriar, no recipiente fechado, a 2°C ou menos
Moderadamente voláteis	120°C ou menos	—	Resfriar, no recipiente fechado, a 18°C ou menos
Moderadamente voláteis e viscosos	120°C ou menos	Viscosidade demasiadamente alta a 18°C	Aquecer à temperatura mínima para obter fluidez suficiente
Não-voláteis	Acima de 120°C	—	Usar a temperatura que convier entre - 18°C e + 90°C
Misturas com produtos não-derivados de petróleo	—	—	Ensaiai a (20 ± 0,2)°C

5.2.1.2 Quando a leitura do densímetro for usada para determinar fatores de correção para volumes de produto a granel, aquela leitura deve ser feita a uma temperatura que não difira de mais de 3°C da temperatura em que foi determinado o volume do produto, a menos que tal temperatura possa acarretar perdas consideráveis de frações leves durante a determinação. Neste caso, obedece-se aos limites da Tabela.

5.2.1.3 As tabelas para correção de volume e densidade são baseadas nas expansões médias para grande número de materiais típicos. Como os mesmos coeficientes foram usados para o preparo das duas tabelas, correções feitas no mesmo intervalo de temperaturas diminuem os erros decorrentes de possíveis diferenças entre os coeficientes dos materiais ensaiados e os coeficientes-padrão. Este efeito se torna mais importante quando as temperaturas se afastam muito de 20°C.

5.2.2 Transferir cuidadosamente a amostra para a proveta, de modo a evitar a formação de bolhas de ar e reduzir ao mínimo a evaporação das frações mais leves de amostras muito voláteis. Amostras altamente voláteis devem ser transferidas por deslocamento de água ou por sifonação. Remover as bolhas de ar que porventura se tenham formado, após terem subido à superfície, tocando-as com um pedaço de papel-filtro limpo, antes de introduzir o densímetro.

Nota 1: Amostras altamente voláteis, contendo álcool ou outros materiais solúveis em água, devem ser transferidas por sifonação.

5.2.3 Colocar a proveta contendo a amostra em posição vertical, em local livre de corrente de ar. A temperatura da amostra não deve variar sensivelmente durante o tempo necessário para completar o ensaio; durante este período, a temperatura do meio ambiente não deve variar mais do que 2°C. Quando o ensaio for feito muito acima ou abaixo da temperatura ambiente, torna-se necessário o uso de um banho de temperatura constante.

5.2.4 Mergulhar o densímetro cuidadosamente na amostra, evitando molhar a haste acima do nível provável de flutuação. Agitar continuamente a amostra com o termômetro, tendo o cuidado de manter a coluna de mercúrio totalmente imersa. Logo que obtiver uma leitura constante, anotar a temperatura da amostra com aproximadamente $0,25^{\circ}\text{C}$ e retirar o termômetro.

5.2.5 Fazer descer o densímetro duas divisões da escala abaixo do nível em que estava equilibrado e soltar. A parte restante da haste do densímetro que permanecer fora do líquido deve ser mantida seca, pois a presença de líquido nesta afeta a leitura. No caso de amostras de baixa viscosidade, ao soltar o densímetro, comunicar-lhe um movimento giratório para este entre rapidamente em equilíbrio e flutue livremente sem tocar as paredes da proveta. Esperar o tempo necessário para que o densímetro estabilize e as bolhas de ar atinjam a superfície. Isto é particularmente importante no caso de amostras muito viscosas.

5.2.6 Com o densímetro estabilizado, flutuando livremente, fazer a leitura na escala com aproximação de $0,0005$, ao nível de interseção do plano da superfície livre do líquido com a haste.

5.2.6.1 No caso de líquidos transparentes, determinar o ponto de interseção, iniciando a observação com a vista abaixo do nível da superfície do líquido e levando-a lentamente até aquele nível. Desta forma, a superfície é vista, a princípio, como uma elipse alongada que se vai estreitando até tornar-se uma linha reta que corta a escala do densímetro no ponto procurado (ver Figura 1).

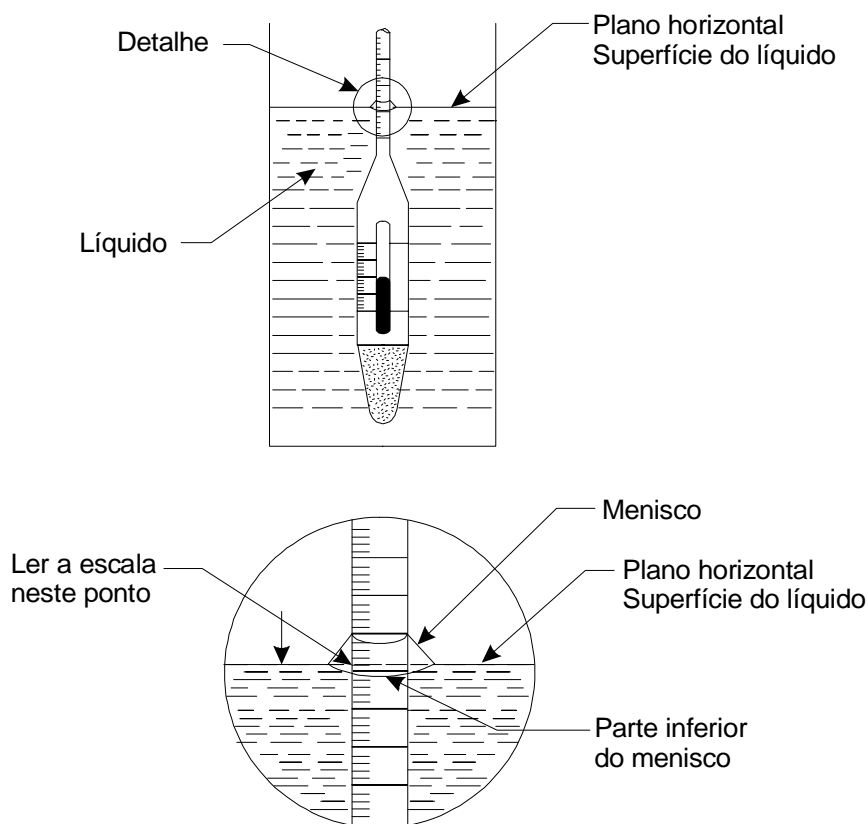


Figura 1 - Leitura da escala do densímetro para líquidos transparentes

5.2.6.2 No caso de líquido opaco, fazer uma leitura, com a vista ligeiramente acima do plano da superfície do líquido, no ponto da haste do densímetro alcançado pela borda do menisco formado à sua volta. Esta leitura requer uma correção, pois os densímetros são calibrados para leitura correta ao nível da superfície principal do líquido. A correção, para o densímetro em uso, pode ser determinada verificando-se a elevação do menisco quando ele é imerso em um óleo transparente, tendo tensão superficial semelhante à da amostra a ser ensaiada (ver Figura 2).

Nota 2: Esta correção é da ordem de 0,0007 aproximadamente.

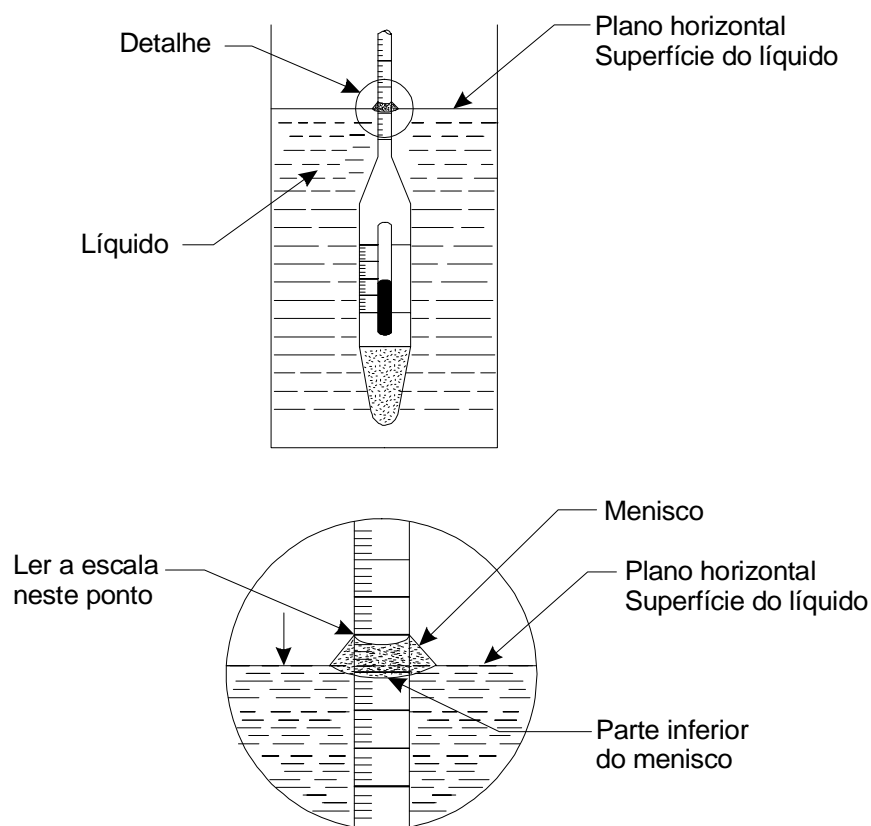


Figura 2 - Leitura da escala do densímetro para líquidos opacos

5.2.7 Logo após a leitura da escala do densímetro, voltar a agitar cuidadosamente a amostra com o termômetro mantendo a coluna de mercúrio completamente mergulhada. Anotar a temperatura da amostra com aproximação de 0,25°C. Se a diferença entre esta temperatura e a anterior for superior a 0,5°C, repetir as leituras do densímetro e da temperatura até que se estabilize dentro de um intervalo de 0,5°C.

Nota 3: Para densímetros que possuam lastro de chumbo com parafina, após determinações a temperatura maiores que 38°C, deixar resfriar na posição vertical.

6 RESULTADOS

6.1 Quando necessário, fazer as correções das leituras da escala do termômetro e do densímetro. No caso de amostras opacas, fazer a correção do menisco. Anotar a leitura final de densidade a menos de 0,0005. Anotar como temperatura do ensaio a média das duas leituras finais de temperatura, antes e depois da leitura final do densímetro, com a aproximação de 0,5°C.

6.2 Quando a temperatura do ensaio for diferente de 20°C, corrigir a leitura do densímetro para obtenção da densidade a 20°C/4°C, utilizando a Resolução 6-70 do CNP.

7 PRECISÃO

7.1 Repetibilidade

Para ensaios realizados entre - 2°C e + 25°C, resultados em duplicatas, obtidos pelo mesmo operador, devem ser aceitos se não diferirem demais dos seguintes valores:

- a) para líquidos transparentes e pouco viscosos 0,0005;
- b) para líquidos opacos 0,0006.

7.2 Reprodutibilidade

Para ensaios realizados entre - 2°C e + 25°C, resultados submetidos por 2 laboratórios devem ser aceitos se não diferirem demais dos seguintes valores:

- a) para líquidos transparentes e pouco viscosos 0,0012;
- b) para líquidos opacos 0,0015.

7.2.1 Para produtos muito viscosos, ou para temperatura fora do intervalo acima especificado, a precisão não é estabelecida.