

ASTM Internacional ha autorizado la traducción de esta norma pero no se responsabiliza por la exactitud técnica o lingüística de la traducción. Sólo la edición inglesa que ASTM publicó y protegió por la propiedad literaria debe ser considerada la versión oficial.

This Spanish standard is based on ASTM D4006 – 16^{ε1}, Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, USA. Translated and reprinted pursuant to license agreement with ASTM International.

Esta norma en español está basada en la norma ASTM D4006 – 16^{ε1}, Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation, esta norma está protegida por los derechos de autor de la ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, USA. Traducida y reimpressa según el acuerdo de licencia con ASTM International.

Este documento no es un estándar de ASTM; está siendo considerado por un comité técnico de ASTM, pero aún no ha recibido todas las aprobaciones necesarias para convertirse en un estándar de ASTM. Usted acepta no reproducir, distribuir ni citar, en su totalidad o en parte, este documento fuera de las actividades de la Sociedad/Comité de ASTM, ni presentarlo ante ninguna otra organización o entidad normativa (ya sea nacional, internacional o de otro tipo), a menos que haya obtenido la aprobación del Jefe del Comité que tiene jurisdicción y haya recibido una autorización escrita del Presidente de la Sociedad. Si no está de acuerdo con estas condiciones, destruya de inmediato todas las copias del documento. Derechos de autor (copyright) de ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428. Todos los derechos reservados.



Designación: D4006 – 16^{ε1}



AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE Manual de estándares de medición de petróleo (MPMS), Capítulo 10.2

Método de prueba estándar para determinar agua en petróleo crudo por destilación¹

Este estándar fue publicado con la designación fija D4006; el número inmediatamente posterior a la designación indica el año de la adopción inicial o, en el caso de que sea una revisión, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última aprobación. Una épsilon en superíndice (ϵ) indica un cambio editorial desde el momento de la última revisión o aprobación.

Este estándar ha sido aprobado para ser utilizado por agencias del Departamento de Defensa de los EE. UU. (U.S. Department of Defense).

^{ε1} NOTA: Las Subsecciones 5.1 y X1.3.3.2 fueron corregidas editorialmente en noviembre de 2016.

1. Alcance *

- 1.1 Este método de prueba abarca la determinación de agua en petróleo crudo por destilación.
- 1.2 Los valores indicados en unidades del Sistema Internacional (SI) deben considerarse como el estándar. No se incluyen otras unidades de medida en este estándar.
- 1.3 *Este estándar no pretende abordar todas las inquietudes de seguridad, en caso de que exista alguna, relacionadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar establecer las prácticas de salud y seguridad apropiadas y determinar la aplicabilidad de las limitaciones normativas antes de su uso.* Para enunciados de advertencia específicos, consulte el punto 6.1 y el A1.1.

2. Documentos de referencia

2.1 Estándares de ASTM:²

D95 Método de prueba para agua en productos derivados del petróleo y materiales bituminosos por destilación (Capítulo 10.5 de MPMS de API)

D473 Método de prueba para sedimentos en petróleo crudo y fuelóleos por el Método de extracción (Capítulo 10.1 de MPMS de API)

D665 Método de prueba para características que evitan la oxidación del aceite mineral inhibido en presencia de agua

¹ Este método de prueba está bajo la jurisdicción del Comité de ASTM D02 sobre Productos derivados del petróleo, combustibles líquidos y lubricantes y el Comité de la API sobre Medición de petróleo, y es responsabilidad directa del Subcomité D02.02 /COMQ el Comité conjunto de ASTM-API sobre Medición de hidrocarburos para traspaso de custodia. Este método de prueba fue aprobado por los comités patrocinadores y aceptado por las sociedades colaboradoras de acuerdo con los procedimientos establecidos.

Edición actual aprobada el 1 de junio de 2016. Publicada en julio de 2016. Aprobada inicialmente en 1981. Última edición previa aprobada en 2012 como D4006 – 11 (2012)^{ε1}. DOI: 10.1520/D4006-16E01.

² Para los estándares ASTM de referencia, visite el sitio web de ASTM, www.astm.org, o comuníquese con el Servicio al Cliente de ASTM por correo electrónico a service@astm.org. Para ver la información del volumen *Annual Book of ASTM Standards* (Libro Anual de Estándares de ASTM), consulte la página Document Summary (Resumen del Documento) correspondiente al estándar en el sitio web de ASTM.

*Al final de este estándar, se proporciona una sección de Resumen de cambios.

D1796 Método de prueba para agua y sedimentos en fuelóleos mediante el Método centrífugo (Procedimiento de Laboratorio) (Capítulo 10.6 de *MPMS* de API)

D4057 Práctica para muestreo manual de petróleo y productos derivados del petróleo (Capítulo 8.1 de *MPMS* de API)

D4177 Práctica para muestreo automatizado de petróleo y productos derivados del petróleo (Capítulo 8.2 de *MPMS* de API)

D4928 Método de prueba para agua en petróleo crudo por Valoración Culométrica Karl Fischer (Capítulo 10.9 de *MPMS* de API)

E123 Especificación de aparato para determinación de agua por destilación

2.2 Estándares de API:

MPMS Capítulo 8.1 Muestreo manual de petróleo y productos derivados del petróleo (Práctica de ASTM **D4057**)

MPMS Capítulo 8.2 Muestreo automatizado de petróleo y productos derivados del petróleo (Práctica de ASTM **D4177**)

MPMS Capítulo 10.1 Método de prueba para sedimentos en petróleo crudo y fuelóleos mediante el Método de extracción (Método de prueba de ASTM) **D473**)

MPMS Capítulo 10.4 Determinación de agua y/o sedimentos en petróleos crudos mediante el Método centrífugo (Procedimiento de campo)

MPMS Capítulo 10.5 Método de prueba para agua en productos derivados del petróleo y materiales bituminosos por destilación (Método de prueba de ASTM **D95**)

MPMS Capítulo 10.6 Método de prueba para agua y sedimentos en fuelóleos mediante el Método centrífugo (Procedimiento de laboratorio) (Método de prueba de ASTM) **D1796**)

MPMS Capítulo 10.9 Método de prueba para agua en petróleo crudo por Valoración Culométrica Karl Fischer (Método de prueba de ASTM) **D4928**)

3. Resumen del método de prueba

3.1 La muestra se calienta bajo condiciones de reflujo con un solvente inmiscible en agua, que destila conjuntamente con el agua en la muestra. El solvente condensado y el agua se separan continuamente en un colector, el agua se asienta en la sección graduada del colector, y el solvente regresa al matraz de destilación.

4. Relevancia y uso

4.1 Un conocimiento del contenido de agua del petróleo crudo es importante para la refinación, la compra, la venta y la transferencia de petróleos crudos.

4.2 Es posible que este método de prueba no sea apto para petróleos crudos que contienen alcohol solubles en agua. En los casos donde el impacto en los resultados podría ser significativo, se aconseja al usuario considerar el uso de otro método de prueba, como el Método de prueba **D4928** (Capítulo 10.9 de *MPMS* de API).

5. Aparato

5.1 El aparato preferido, presentado en la **Fig. 1**, consiste en un matraz de destilación de vidrio, un colector, un colector de vidrio graduado y un calentador. Otros tipos de aparatos de destilación se indican en la Especificación **E123**. Cualquiera de estos aparatos será aceptable para este método de prueba, siempre que se pueda demostrar que funcionan dentro de la precisión establecida con el aparato preferido.

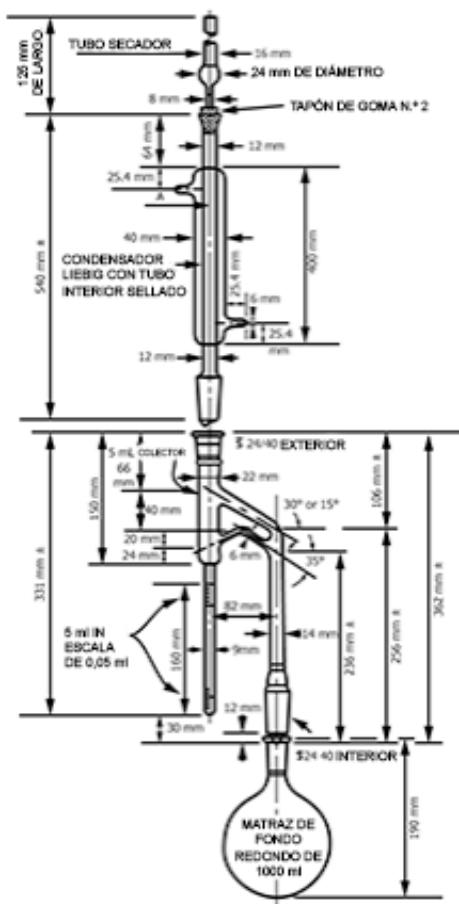


FIG. 1 Aparato de destilación

5.1.1 Matraz de destilación: Se deberá utilizar un matraz de destilación de vidrio, de fondo redondo, de 1000 ml con junta cónica hembra de 24/40. El matraz recibe un colector de agua graduada calibrado de 5 ml con graduaciones de 0,05 ml. El colector se utilizará con un condensador Liebig de 400 mm. Se coloca un tubo secador con desecante (para evitar el ingreso de humedad atmosférica) en la parte superior del condensador.

5.1.2 Calentador: Es posible utilizar cualquier calentador a gas o eléctrico adecuado que pueda distribuir el calor de modo uniforme en toda la mitad inferior del matraz. Se prefiere una manta eléctrica por razones de seguridad.

5.1.3 El aparato utilizado en esta prueba será aceptado cuando se obtengan resultados satisfactorios mediante la técnica de calibración descrita en la Sección 8.

6. Solvente

6.1 Xileno: grado reactivo (**Advertencia:** Extremadamente inflamable. Vapor dañino. Consulte el [Anexo A1](#)). Se establecerá un blanco solvente colocando 400 ml de solvente en el aparato de destilación y probando según se describe en la Sección 9. El blanco será determinado con una precisión de 0,025 ml y se utilizará para corregir el volumen de agua en el colector según se indica en la Sección 10.

6.2 Por lo general, el xileno utilizado en este procedimiento es una mezcla de orto, meta y para isómeros y puede contener etilbenceno. Las características típicas de este reactivo son:

Color (APHA)	no más de 10
Rango de ebullición	de 137 °C a 144 °C
Residuo luego de la evaporación	0,002 %
Compuestos de azufre (como S)	0,003 %
Sustancias oscurecidas por H ₂ SO ₄	Prueba de color
Agua (H ₂ O)	0,02 %

Metales pesados (como Pb)	0,1 ppm
Cobre (Cu)	0,1 ppm
Hierro (Fe)	0,1 ppm
Níquel (Ni)	0,1 ppm
Plata (Ag)	0,1 ppm

7. Muestreo, muestras de prueba y unidades de prueba

7.1 El muestreo se define como todos los pasos requeridos para obtener una alícuota de los contenidos de cualquier tubería, tanque u otro sistema, y para colocar la muestra en el contenedor de la prueba de laboratorio.

7.1.1 *Muestra de laboratorio:* Para este método de prueba, solo se podrán utilizar las muestras representativas obtenidas según se indica en la Práctica D4057 (Capítulo 8.1 de MPMS de API) y en la Práctica D4177 (Capítulo 8.2 de MPMS de API).

7.1.2 *Preparación de las muestras de prueba:* Deberá aplicarse el siguiente procedimiento de manipulación de muestras además de los indicados en el punto 7.1.1.

7.1.2.1 El tamaño de la muestra deberá seleccionarse según se indica abajo según el contenido de agua esperado de la muestra:

Contenido de agua esperado, % en peso o volumen	Tamaño aproximado de la muestra, g o ml
de 50,1 a 100,0	5
de 25,1 a 50,0	10
de 10,1 a 25,0	20
de 5,1 a 10,0	50
de 1,1 a 5,0	100
de 0,5 a 1,0	200
menos de 0,5	200

7.1.2.2 Si existe alguna duda sobre la uniformidad de la muestra mezclada, se debería realizar determinaciones sobre al menos tres porciones de prueba e informarse el resultado promedio respecto del contenido de agua.

7.1.2.3 Para determinar el agua según el volumen, mida los líquidos móviles en un cilindro graduado calibrado de 5 ml, 10 ml, 20 ml, 50 ml, 100 ml o 200 ml (clase A NBS) de acuerdo con el tamaño de la muestra indicado en el punto 7.1.2.1. Tenga cuidado y vierta la muestra lentamente en el cilindro graduado para evitar la inducción de aire y ajuste el nivel a la graduación más adecuada posible. Con cuidado, vierta el contenido del cilindro en el matraz de destilación y enjuague el cilindro cinco veces con porciones de xileno equivalentes a un quinto de la capacidad del cilindro graduado y agregue los enjuagues al matraz. Vacíe el cilindro a fondo para garantizar el traspaso total de la muestra.

7.1.2.4 Para determinar el agua según la masa, pese una porción de prueba de la muestra de acuerdo con el punto 7.1.2.1 y vierta la muestra directamente en el matraz de destilación. Si debe utilizarse un recipiente de traspaso (vaso de precipitado o cilindro), enjuáguelo con al menos cinco porciones de xileno y agregue los enjuagues al matraz.

8. Calibración

8.1 Calibre el colector y el ensamblaje completo antes del uso inicial y luego de todo cambio en el equipo según se indica en los puntos 8.1.1 – 8.1.3. Además, calibre el colector y el ensamblaje completo en forma regular, a una frecuencia que no supere el año.

8.1.1 Verifique la exactitud de las marcas de graduación en el colector agregando de a 0,05 ml de agua destilada, a 20 °C, con una microbureta de 5 ml o una micropipeta de precisión que se pueda leer con una precisión de 0,01 ml. Si hay una desviación de más de 0,050 ml entre el agua agregada y el agua observada, descarte el colector o vuelva a calibrarlo.

8.1.2 También calibre el aparato completo. Coloque 400 ml de xileno seco (0,02 % de agua como máximo) en el aparato y realice la prueba de acuerdo con la Sección 9. Al finalizar, deseche el contenido del colector y agregue 1,00 ml ± 0,01 ml de agua destilada con la bureta o micropipeta, a 20 °C, directamente en el matraz de destilación y realice la prueba de acuerdo con la Sección 9. Repita el punto 8.1.2 y agregue 4,50 ml ± 0,01 ml directamente en el matraz. El ensamblaje del aparato es satisfactorio solamente si las lecturas del colector están dentro de las tolerancias indicadas aquí:

Capacidad de límites del colector a 20 °C ml	Volumen de agua agregado a 20 °C ml	Permitido para Agua recuperada a 20 °C, ml
--	---	--

5,00	1,00	$1,00 \pm 0,025$
5,00	4,50	$4,50 \pm 0,025$

8.1.3 Una lectura fuera de los límites sugiere un mal funcionamiento que es el resultado de fugas de calor, ebullición demasiado rápida, inexactitudes en las graduaciones del colector o ingreso de humedad exterior. Estos defectos de funcionamiento deben eliminarse antes de repetir el punto 8.1.2.

9. Procedimiento

9.1 La precisión de este método de prueba puede ser afectada por las gotas de agua que se adhieran a las superficies en el aparato y, en consecuencia, no se asienten en el colector de agua para su medición. Para minimizar el problema, todos los aparatos se deben limpiar químicamente al menos una vez al día, para eliminar películas y sedimentos, que perjudiquen el drenaje de agua del aparato de la prueba. Se recomienda una limpieza más frecuente si la naturaleza de las muestras causa una contaminación persistente.

9.1.1 Para determinar el agua según el volumen, proceda de acuerdo con lo indicado en el punto 7.1.2.3. Además del xileno agregado para enjuagar el dispositivo de traspaso de muestra de aceite, agregue en el matraz xileno suficiente para completar el volumen total de xileno a 400 ml.

9.1.2 Para determinar el agua según la masa, proceda de acuerdo con lo indicado en el punto 7.1.2.4. Además del xileno agregado para enjuagar el dispositivo de traspaso de muestra de aceite, agregue en el matraz xileno suficiente para completar el volumen total de xileno a 400 ml.

9.2 Un agitador magnético es el dispositivo más eficaz para reducir los golpes. También son útiles las perlas de vidrio u otros aditivos de ebullición, aunque son menos eficaces.

9.3 Ensamble el aparato según se indica en la Fig. 1 y ajuste todas las conexiones para evitar la pérdida de vapor y líquido. Se recomienda no engrasar las juntas de vidrio. Coloque un tubo secador con un desecante indicador en el extremo del condensador para evitar la condensación de la humedad atmosférica dentro del condensador. Haga circular agua, entre 20 °C y 25 °C, a través de la camisa del condensador.

9.4 Aplique calor al matraz. El tipo de petróleo crudo que se evalúa puede modificar significativamente las características de ebullición de la mezcla de crudo y solvente. Debería aplicarse el calor lentamente durante las etapas iniciales de la destilación (aproximadamente de 1/2 h a 1 h) para evitar los golpes y la posible pérdida de agua del sistema. (El condensado no deberá proceder a más de tres cuartos de distancia al tubo interior del condensador (punto A en la Fig. 1)). Para facilitar el escurrimiento del condensador, el condensado debería mantenerse lo más cerca posible a la salida del condensador. Luego del calentamiento inicial, ajuste la tasa de ebullición para que el condensado proceda a no más de tres cuartos de la distancia al tubo condensador. El destilado debería descargarse en el colector a una tasa aproximada de 2 gotas a 5 gotas por segundo. Continúe con la destilación hasta que no haya agua visible en ninguna parte del aparato, excepto en el colector y que el volumen de agua en el colector permanezca constante durante 5 min. Si hay una acumulación de gotas de agua persistente en el tubo del condensador, enjuague con xileno. (Se recomienda un tubo pulverizador para lavado, consulte la Fig. 2 o un dispositivo equivalente). Agregar un vaso de precipitado de emulsión soluble en aceite a una concentración de 1000 ppm al lavado de xileno ayuda a quitar las gotas de agua adheridas. Luego de la descarga, destile nuevamente por al menos 5 min (el calor debe interrumpirse al menos 15 min antes del lavado para evitar los golpes). Luego del lavado, aplique calor suavemente para evitar los golpes. Repita este procedimiento hasta que no haya agua visible en el condensador y el volumen de agua en el colector permanezca constante por al menos 5 min. Si este procedimiento no elimina el agua, utilice el raspador de fluorocarbono TFE, cuyo pico se presenta en la Fig. 2, o un dispositivo equivalente para hacer que el agua corra hacia el colector.

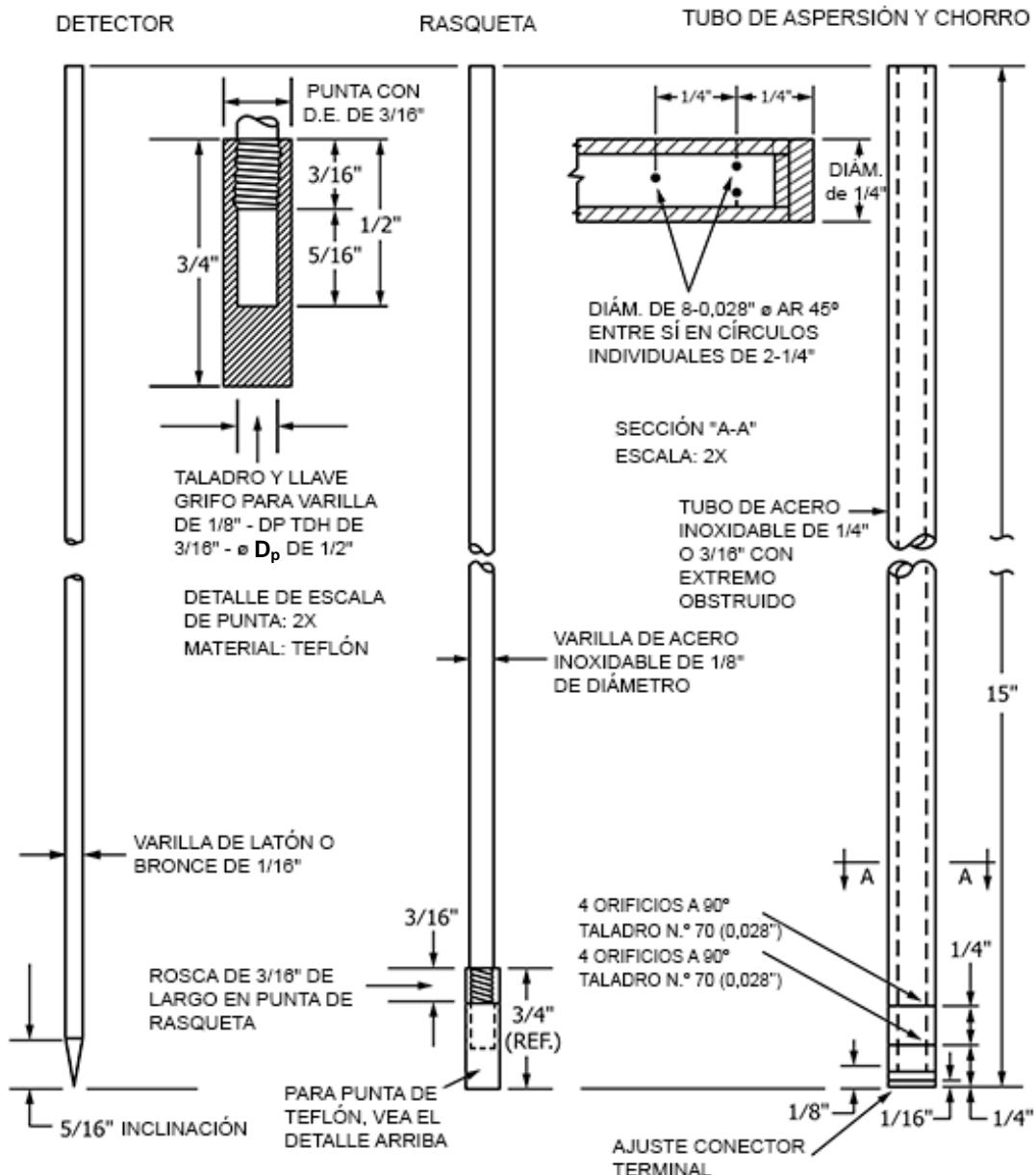


FIG. 2 Pico, raspador y tubo pulverizador del aparato de destilación

9.5 Cuando haya finalizado la transferencia de agua, deje enfriar el colector y el contenido a 20 °C. Quite todas las gotas de agua adheridas a los laterales del colector con el raspador de fluorocarbono TFE o pico y traspáselas a la capa de agua. Lea el volumen de agua en el colector. El colector está graduado en incrementos de 0,05 ml, pero el volumen se estima con una precisión de 0,025 ml.

10. Cálculo

10.1 Calcule el agua en la muestra de la siguiente manera:

$$\% \text{ en volumen} = \frac{(A - B)}{C} \times 100 \quad (1)$$

$$\% \text{ en volumen} = \frac{(A - B)}{(M/D)} \times 100 \quad (2)$$

$$\% \text{ en masa} = \frac{(A - B)}{M} \times 100 \quad (3)$$

donde:

A = ml de agua en el colector,

B = ml de blanco solvente,

C = ml de muestra de prueba,

M = g de muestra de prueba y

D = densidad de la muestra, g/ml. El material volátil soluble en agua, si está presente, puede medirse como agua.

11. Informe

11.1 Informe el resultado del contenido de agua con una precisión de 0,025 %, comunique el contenido de agua inferior al 0,025 % como 0 % y haga referencia a este Método de referencia D4006 (Capítulo 10.2 de MPMS de API) como el procedimiento utilizado.

12. Precisión y sesgo

12.1 La precisión de este método de prueba, según se obtuvo por el análisis estadístico de resultados de pruebas entre laboratorios en el rango del 0,01 % al 1,0 %, se describe en los puntos 12.1.1 y 12.1.2.

12.1.1 *Repetibilidad:* La diferencia entre los resultados de pruebas sucesivas, obtenidos por el mismo operador, con el mismo aparato, bajo condiciones operativas constantes, en muestras idénticas de material, a largo plazo y con el uso normal y correcto del método de prueba, superaría los siguientes valores en solo uno de veinte casos:

De 0,0 % a 0,1 % de agua, consulte la Fig. 3.

Superior al 0,1 % de agua, la repetibilidad es constante a 0,08.

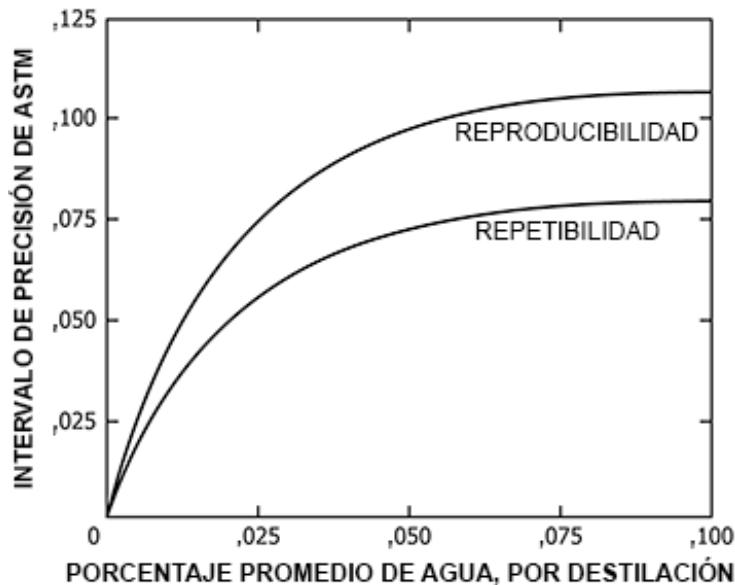


FIG. 3 Sedimentos básicos y precisión de agua

12.1.2 *Reproducibilidad:* La diferencia entre dos resultados individuales e independientes, obtenidos por diferentes operadores que trabajen en laboratorios diferentes, en muestras idénticas de material, a largo plazo y con el uso normal y correcto del método de prueba, superaría los siguientes valores en solo uno de veinte casos:

De 0,0 % a 0,1 % de agua, consulte la Fig. 3

Superior al 0,1 % de agua, la reproducibilidad es constante a 0,11.

13. Palabras clave

13.1 petróleo crudo; destilación; agua

ANEXO

(Información obligatoria)

A1. ENUNCIADO DE ADVERTENCIA

A1.1 Xileno

A1.1.1 Manténgalo alejado de fuentes de calor, chispas y llamas abiertas.

A1.1.2 Mantenga el recipiente cerrado.

A1.1.3 Use con ventilación adecuada.

A1.1 Evite respirar el vapor o el rocío.

A1.1.5 Evite el contacto prolongado o reiterado con la piel.

APÉNDICE

(Información no obligatoria)

X1. PRECISIÓN Y SESGO DE LOS MÉTODOS DE PRUEBA PARA DETERMINAR AGUA EN PETRÓLEO CRUDO

X1.1 Resumen

X1.1.1 Este programa de prueba interlaboratorios demostró que el método de prueba de destilación según se practica es de cierto modo más exacto que el método de prueba centrífuga. La corrección promedio para el método de prueba de destilación es de alrededor 0,06, donde la corrección centrífuga es aproximadamente 0,10. Sin embargo, esta corrección no es constante ni se correlaciona de manera precisa con la concentración medida.

X1.1.2 Existe una ligera mejora en la precisión del método de prueba de destilación sobre el presente Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API): 0,08 versus 0,1 para repetibilidad y 0,11 versus 0,2 para reproducibilidad. Estas cifras son aplicables del 0,1 % al 1 % de contenido de agua; el nivel máximo estudiado en este programa.

X1.1.3 La precisión del método de prueba centrífugo es peor que el de destilación: la repetibilidad es de alrededor de 0,12 y la reproducibilidad de 0,28.

X1.2 Introducción

X1.2.1 En vista de la importancia económica de medir el contenido de agua en petróleo crudo en forma precisa y exacta, un grupo de trabajo del Comité Conjunto de API/ASTM sobre Medición de petróleo estático (COSM) realizó la evaluación de dos métodos de prueba para determinar agua en petróleos crudos. Se evaluaron un método de prueba de destilación (Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)) y un método de prueba centrífuga (Método de prueba D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)) en este programa. Ambos métodos de prueba fueron modificados levemente en un intento de mejorar la precisión y la exactitud.

X1.3 Experimental

X1.3.1 *Muestras:* Se obtuvieron los siguientes siete petróleos crudos para este programa:

Crudo	Fuente
San Ardo	Texaco
Arabian Light	Mobil
Alaskan	Williams Pipe Line
Arabian Heavy	Exxon
Minas	Texaco
Fosterton	Koch Industries
Nigerian	Gulf

Al eliminar toda el agua o agregar cantidades de agua conocidas a los crudos anteriores, se prepararon 21 muestras para la

prueba. Cada petróleo crudo fue representado en tres niveles de concentración de agua. El rango de concentración completo estudiado fue de 0 al 1,1 % de agua. Estos valores previstos se utilizaron para determinar la exactitud de los procedimientos de prueba.

X1.3.2 Preparación de las muestras:

X1.3.2.1 Los petróleos crudos fueron recibidos de los proveedores en barriles. Luego de mezclar mediante giros, se tomaron dos muestras de 5 gal y una de 250 ml de cada barril. El crudo Minas tuvo que calentarse a 66 °C (150 °F) con un calentador de barril antes de tomar las muestras. Las muestras de 250 ml de cada crudo, según se recibieron, fueron utilizadas para establecer el caso base de contenido de agua. Cada muestra fue analizada por el Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) para determinar el contenido de agua. Estos puntos de partida se presentan en la **Tabla X1.1**.

TABLA X1.2 Caso base: Contenido de agua de crudos

Petróleo crudo	% H ₂ O
San Ardo	0,90
Arabian Light	0,15
Alaskan	0,25
Arabian Heavy	0,10
Minas	0,50
Fosterton	0,30
Nigerian	<0,05

X1.3.2.2 Para obtener muestras de petróleo crudo “sin agua”, se destiló una muestra de 5 gal de cada dos crudos sobre el rango de temperatura de inicial a temperatura de vapor de 300 °F. Esta destilación se realizó mediante una columna de 15 placas teóricas a un índice de reflujo de 1:1.

X1.3.2.3 Las muestras “enriquecidas” a una concentración de agua conocida se realizaron con agua marina sintética (según se describe en el Método de prueba D665). La mezcla y la homogeneización se efectuaron con una mezcladora estática. La lista completa de muestras con su contenido de agua previsto se presenta en la **Tabla X1.2**.

TABLA X1.3 Contenido de agua en muestras de petróleo crudo

Fuente de crudo	%H ₂ O		
	Se encontró	Se agregó	Se espera
San Ardo	0,90	0 se secó se secó + 0,4	0,90 0,0 0,40
	0,15	0 0,10 0,90	0,15 0,25 1,05
	0,25	0 0,20 0,80	0,25 0,45 1,05
Arabian Light	0,10	0 se secó se secó + 0,1	0,10 0,0 0,10
	0,50	0 0,10 0,50	0,50 0,60 1,00
	0,30	0 0,20 0,80	0,30 0,50 1,10
Alaskan	0,05	0 0,40 0,80	< 0,05 0,45 0,85
	0,10	0 se secó se secó + 0,1	0,10 0,0 0,10
	0,25	0 0,20 0,80	0,25 0,45 1,05
Arabian Heavy	0,50	0 0,10 0,50	0,50 0,60 1,00
	0,30	0 0,20 0,80	0,30 0,50 1,10
	0,05	0 0,40 0,80	< 0,05 0,45 0,85
Minas	0,90	0 se secó se secó + 0,4	0,90 0,0 0,40
	0,15	0 0,10 0,90	0,15 0,25 1,05
	0,25	0 0,20 0,80	0,25 0,45 1,05
Fosterton	0,50	0 0,10 0,50	0,50 0,60 1,00
	0,30	0 0,20 0,80	0,30 0,50 1,10
	0,05	0 0,40 0,80	< 0,05 0,45 0,85
Nigerian	0,90	0 se secó se secó + 0,4	0,90 0,0 0,40
	0,15	0 0,10 0,90	0,15 0,25 1,05
	0,25	0 0,20 0,80	0,25 0,45 1,05

X1.3.2.4 Las muestras para cada colaborador fueron embotelladas para que la muestra completa se utilizara para una prueba determinada. De este modo, se eliminó todo efecto debido al asentamiento o estratificación del agua.

X1.3.2.5 Las muestras se codificaron para evitar la presencia de duplicados y una tabla de números aleatorios determinó el orden de las pruebas.

X1.3.2.6 Los laboratorios participantes fueron:

Chevron Research Co.
 Exxon Research and Engineering Co.
 Mobil Research and Development Corp.
 Texaco, Inc.
 Shell
 Charles Martin, Inc.
 Gulf Research and Development Co.

X1.3.3 Modificaciones de la prueba: Los métodos de prueba base estudiados fueron modificados levemente en un intento de mejorar el desempeño. Las modificaciones fueron las siguientes:

X1.3.3.1 Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API): El tamaño de la muestra fue estandarizado a 200 g y el volumen del solvente fue aumentado para mantener el índice original solvente/muestra.

X1.3.3.2 Método de prueba D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API): Fue obligatorio utilizar un centrifugador calentado (mantenido cerca de 60 °C (140 °F)) y un desemulsionante. También se indicaron tubos centrifugadores de ocho pulgadas. El único solvente permitido fue el tolueno saturado con agua a 140 °F.

X1.4 Resultados y debate

X1.4.1 Exactitud:

X1.4.1.1 La exactitud o sesgo se define como la cercanía del valor medido al “valor real”. Como no existe un método de prueba totalmente independiente disponible para determinar este valor real para estas muestras, se deben utilizar otros medios. Se consideraron dos opciones:

(1) Seleccionar un laboratorio y un método de prueba como el “sistema de referencia” y definir estos resultados como el valor real o

(2) Agregar cantidades de agua conocidas a las muestras. La diferencia medida entre la muestra original y la no enriquecida puede compararse con el agua agregada conocida para determinar el sesgo (exactitud). Se investigaron ambos enfoques en este estudio.

X1.4.1.2 Como el Método de prueba del Capítulo 10.4 de MPMS de API define el método de prueba base como una combinación de los Métodos de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) y D473 (Capítulo 10.1 de MPMS de API), se resolvió que los datos obtenidos mediante el Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) en un laboratorio serían el “valor real”. La Tabla X1.3 presenta el valor previsto comparado con cada muestra promedio que utiliza este criterio. Puede observarse que el sesgo determinado de ambos métodos de prueba es bajo. No obstante, el método de prueba de destilación (Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)) presenta un sesgo inferior al del método de prueba centrífuga. Puesto que el sesgo no es el mismo en cada laboratorio (Tabla X1.4), no es posible recomendar la inclusión de un factor de corrección en los métodos de prueba. Este tratamiento de datos sugiere que el método de prueba centrífuga, en promedio, arroja resultados alrededor del 0,06 % inferiores al de destilación. Los sesgos respectivos son -0,13 para el método de prueba centrífuga y -0,07 para el de destilación.

TABLA X1.5 Determinación de agua en petróleo crudo, % H₂O

Previsto	Destilación	Centrífuga
0,90	0,90	0,79
0,0	0,04	0,05
0,40	0,42	0,021
0,15	0,10	0,12
0,25	0,21	0,13
1,05	0,86	0,78
0,25	0,21	0,14
0,45	0,39	0,32
1,05	0,92	0,98
0,10	0,11	0,04
0,0	0,06	0,02
0,10	0,18	0,10
0,50	0,45	0,34
0,60	0,53	0,47
1,00	0,96	0,97
0,30	0,18	0,07

Previsto	Destilación	Centrífuga
0,50	0,33	0,20
1,10	0,86	0,77
0,05	0,02	0,01
0,45	0,35	0,32
0,85	0,65	0,65

TABLA X1.6 Correcciones que se aplicarán a los valores medidos para obtener un contenido de agua “real”

Método de prueba	Laboratorio	Corrección
D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)		
Centrífuga	C	+ 0,152 ± 0,095
	E	+ 0,029 ± 0,125
	M	+ 0,196 ± 0,135
	T	+ 0,196 ± 0,100
	S	+ 0,160 ± 0,122
	I	+ 0,116 ± 0,126
	G	+ 0,121 ± 0,115
	Prom.	+ 0,132
D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)		
Destilación	C	+ 0,777 ± 0,082
	E	+ 0,048 ± 0,078
	M	+ 0,082 ± 0,077
	T	+ 0,064 ± 0,079
	S	+ 0,077 ± 0,107
	I	+ 0,061 ± 0,112
	G	+ 0,072 ± 0,096
	Promedio	+ 0,069

X1.4.1.3 Es posible obtener una estimación de sesgo más confiable si consideramos solo aquellas muestras a las que se agregó agua. En este caso, las diferencias medidas entre la muestra no enriquecida y la muestra enriquecida comparadas con el agua real agregada serían indicativas del sesgo. La Tabla X1.5 presenta estas diferencias para cada método de prueba. En consecuencia, el sesgo de centrífuga mejoró levemente, mientras que la destilación es casi la misma. La diferencia entre los dos métodos de prueba ahora es de 0,04 y no 0,06. Cabe destacar que el sesgo es superior con ambos métodos de prueba con mayor contenido de agua.

TABLA X1.7 Sesgo de métodos de prueba estimados a partir de muestras enriquecidas

Se agregó agua, ^a %	D95		D1796	
	(Capítulo 10.5 de MPMS de API)	Se encontró	(Capítulo 10.6 de MPMS de API)	Se encontró
0,10	0,10	0	0,05	-0,05
0,10	0,08	-0,02	0,00	-0,10
0,10	0,10	0	0,10	0
0,20	0,16	-0,04	0,16	-0,04
0,20	0,15	-0,05	0,12	0,00
0,40	0,39	-0,01	0,16	-0,24
0,40	0,33	-0,07	0,30	-0,10
0,50	0,49	-0,01	0,52	+ 0,02
0,80	0,70	-0,10	0,73	-0,07
0,80	0,70	-0,10	0,70	-0,10
0,80	0,64	-0,16	0,63	-0,17
0,90	0,76	-0,14	0,69	-0,21
	Promedio	-0,06		-0,10

^a La adición de las porciones idénticas de agua presentadas se refiere a petróleos crudos distintos.

X1.4.2 *Precisión:*

X1.4.2.1 Para estimar la precisión de las pruebas, se analizaron los datos de acuerdo con las pautas de ASTM publicadas en el Informe de investigación RR:D02-1007, “Manual on Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products” (1973).³

X1.4.2.2 Participaron siete laboratorios en la prueba interlaboratorios. Se midió sedimentos básicos y agua en 21 muestras de petróleo crudo por duplicado mediante el método de prueba de destilación (Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)) y el método de prueba centrífuga (Método de prueba D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)). Los datos sin procesar se presentan en la [Tabla X1.6](#).

³ Los datos de respaldo han sido presentados ante la Sede Central de ASTM International y pueden obtenerse solicitando el Informe de investigación (Research Report) RR:D02-1007.

TABLA X1.8 Resultados de agua en petróleo crudo entre laboratorios por ASTM D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) y ASTM D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)

Labora-torios	Método de prueba de destilación de ASTM D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)																				
	Muestras																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0,86 0,86	0,90 0,92	0,91 0,92	0,91 0,86	0,88 0,85	0,00 0,01	0,02 0,02	0,00 0,02	0,40 0,39	0,39 0,40	0,46 0,46	0,75 0,53	0,25 0,38	0,35 0,33	0,67 0,66	0,10 0,09	0,15 0,21	0,20 0,21	0,16 0,20	0,13 0,13	0,18 0,15
2	0,90 0,91	0,94 0,94	0,99 1,00	0,90 0,92	0,90 0,90	0,05 0,06	0,34 0,06	0,04 0,04	0,43 0,48	0,40 0,40	0,48 0,47	0,53 0,58	0,39 0,36	0,35 0,30	0,70 0,69	0,09 0,11	0,25 0,24	0,25 0,25	0,18 0,19	0,11 0,14	0,20 0,20
3	0,80 0,85	0,94 0,94	0,98 0,98	0,85 0,83	0,90 0,90	0,05 0,02	0,00 0,03	0,00 0,00	0,35 0,54	0,38 0,40	0,45 0,43	0,43 0,55	0,35 0,33	0,33 0,33	0,65 0,65	0,07 0,10	0,20 0,15	0,23 0,23	0,18 0,15	0,05 0,07	0,15 0,16
4	0,93 0,93	0,92 0,90	0,89 0,91	0,90 0,89	0,88 0,90	0,07 0,07	0,02 0,02	0,00 0,04	0,42 0,42	0,40 0,39	0,42 0,43	0,52 0,52	0,35 0,33	0,35 0,35	0,66 0,67	0,10 0,10	0,19 0,20	0,23 0,19	0,18 0,16	0,10 0,11	0,20 0,19
5	0,87 0,86	0,88 0,92	0,87 0,83	0,86 0,80	0,86 0,80	0,07 0,07	0,07 0,09	0,05 0,04	0,39 0,39	0,41 0,40	0,42 0,37	0,51 0,47	0,23 0,35	0,39 0,35	0,65 0,60	0,11 0,12	0,21 0,20	0,21 0,24	0,21 0,24	0,16 0,18	0,20 0,16
6	0,98 1,01	0,94 0,94	0,85 1,37	0,79 0,84	0,74 0,89	0,04 0,01	0,02 0,00	0,00 0,01	0,58 0,48	0,39 0,80	0,45 0,66	0,44 0,56	0,36 0,30	0,38 0,39	0,61 0,66	0,11 0,13	0,24 0,25	0,23 0,24	0,20 0,21	0,07 0,05	0,24 0,18
7	0,91 0,97	0,88 0,92	0,97 1,03	0,85 0,84	0,80 0,80	0,05 0,02	0,01 0,13	0,01 0,01	0,42 0,39	0,40 0,45	0,41 0,47	0,53 0,35	0,34 0,38	0,36 0,38	0,64 0,65	0,05 0,15	0,18 0,20	0,18 0,23	0,15 0,15	0,18 0,11	0,18 0,15

Labora-torios	Método de prueba centrífuga D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)																				
	Muestras																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0,82 0,79	0,90 0,89	0,87 0,88	0,80 0,81	0,70 0,74	0,05 0,05	0,02 0,02	0,00 0,02	0,23 0,23	0,25 0,31	0,38 0,41	0,48 0,17	0,19 0,29	0,27 0,61	0,65 0,02	0,02 0,02	0,07 0,06	0,05 0,06	0,03 0,03	0,02 0,02	0,02 0,04
2	1,03 0,88	1,09 1,11	1,06 1,12	0,74 0,74	0,95 1,00	0,19 0,06	0,07 0,05	0,00 0,00	0,19 0,31	0,40 0,43	0,50 0,58	0,58 0,60	0,38 0,34	0,45 0,50	0,61 0,85	0,15 0,21	0,20 0,37	0,20 0,42	0,20 0,17	0,06 0,06	0,20 0,04
3	0,65 0,60	0,80 0,85	0,90 0,90	0,70 0,60	0,70 0,70	0,07 0,07	0,00 0,00	0,00 0,02	0,10 0,10	0,30 0,34	0,30 0,40	0,42 0,50	0,06 0,10	0,20 0,20	0,60 0,45	0,02 0,02	0,02 0,12	0,07 0,02	0,02 0,00	0,00 0,02	
4	0,73 0,79	0,95 1,00	0,88 0,90	0,85 0,75	0,80 0,70	0,00 0,00	0,00 0,00	0,00 0,00	0,18 0,16	0,27 0,27	0,33 0,40	0,46 0,45	0,15 0,15	0,30 0,27	0,63 0,55	0,00 0,00	0,10 0,05	0,10 0,13	0,05 0,05	0,00 0,00	0,05 0,05
5	0,69 0,76	1,55 1,10	0,51 0,87	0,87 0,93	0,83 0,41	0,01 0,01	0,03 0,05	0,03 0,02	0,18 0,30	0,21 0,54	0,16 0,20	0,30 0,07	0,21 0,19	0,39 0,01	0,72 0,69	0,75 0,06	0,13 0,11	0,01 0,02	0,21 0,09	0,03 0,03	0,05 0,12

D4006-16^{e1}

6	0,72 0,86	0,75 0,90	1,59 1,44	0,85 0,65	0,65 0,65	0,07 0,09	0,05 0,05	0,05 0,05	0,35 0,32	0,33 0,25	0,25 0,38	0,52 0,52	0,20 0,25	0,45 0,38	0,75 0,80	0,05 0,10	0,15 0,10	0,05 0,13	0,05 0,10	0,05 0,05	0,05 0,10
7	0,88 0,90	1,00 0,85	0,85 0,80	0,85 0,80	0,70 0,80	0,00 0,00	0,00 0,00	0,05 0,05	0,15 0,10	0,20 0,35	0,30 0,30	0,40 0,35	0,25 0,13	0,23 0,25	0,63 0,60	0,10 0,18	0,18 0,20	0,25 0,30	0,20 0,15	0,00 0,00	0,18 0,10

X1.4.3 *Prueba para valores extremos:* Se siguieron los procedimientos para descartar los valores extremos recomendados en el Informe de investigación de ASTM RR:D02-1007, “Manual on Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products and Lubricants”.³

X1.4.3.1 *Método de prueba de destilación:* La tabla siguiente enumera los valores extremos descartados y los valores sustituidos:

Laboratorio	Muestra	Valor descartado	Valor sustituido
1	14	0,75	0,53
3	3	0,35; 0,54	0,445
2	11	0,34	0,06
6	13	0,66	0,45
6	15	1,37	0,85

X1.4.3.2 *Método de prueba centrífuga:*

(1) Se descartaron los datos del laboratorio 5 inmediatamente porque se utilizaron tubos centrifugadores de tamaño incorrecto (carta, Shell Oil a E. N. Davis, cc: Tom Hewitt, 9 de febrero de 1979). Las pruebas estadísticas demostraron que los datos del laboratorio 5 no pertenecían a la misma población de los otros datos.

(2) Los datos del laboratorio 2 también eran dudosos y parecían no pertenecer a la misma población de los otros datos. No obstante, se supo que los resultados del laboratorio 2 eran más cercanos a los niveles reales de agua agregada a las muestras. Por lo tanto, existe un dilema sobre si descartar los datos del laboratorio 2 o no. Como compromiso, se calculó la precisión con los resultados del laboratorio 2 y sin ellos. La tabla siguiente enumera los valores extremos descartados y los valores sustituidos al retener los resultados del laboratorio 2:

Laboratorio	Muestra	Valor descartado	Valor sustituido
2	2	0,19	0,05
2	7	0,42	0,20
2	21	0,85	0,61
6	6	0,65	0,85
6	15	1,59; 1,44	0,922

Al omitirse los resultados del laboratorio 2, solo se descartaron los resultados del laboratorio 6 enumerados arriba.

X1.4.4 *Cálculo de repetibilidad y reproducibilidad:* La repetibilidad y la reproducibilidad fueron obtenidas al ajustar curvas de la precisión adecuada de los resultados de cada muestra versus el valor promedio de cada muestra. Una ecuación de esta forma:

$$S = A \bar{x} (1 - e^{-bx}) \quad (\text{X1.1})$$

donde:

S = precisión,

\bar{x} = media muestral y

A y b son constantes.

demostró ajustarse mejor a los datos. Los valores de las constantes A y b fueron calculados mediante el análisis de regresión de la ecuación logarítmica lineal:

$$\log S = \log A / \log (1 - e^{-bx}) \quad (\text{X1.2})$$

X1.4.4.4 La desviación estándar de repetibilidad de cada muestra fue calculada de varianzas de pares (repetición de pares) utilizadas entre los laboratorios. La desviación estándar de reproducibilidad fue calculada de la varianza de los valores promedio de cada par. Esta varianza es igual a la suma de dos varianzas, la varianza σ_L^2 debido a las diferencias entre laboratorios y la varianza debido al error de repetibilidad σ_r^2 dividido por la cantidad de réplicas:

$$\sigma_r^2 = \sigma_r^2/n + \sigma_L^2 \quad (n = 2) \quad (\text{X1.3})$$

Al utilizar los datos calculados arriba para cada muestra, se obtuvieron los siguientes valores para las constantes en la Ecuac. X1.1:

Método de prueba de destilación 7 laboratorios		
Constante	Repetibilidad	Reproducibilidad
b	47,41	47,41
A	0,2883	0,0380
Método de prueba centrífuga 6 laboratorios		
Constante	Repetibilidad	Reproducibilidad
b	11,23	11,23
A	0,0441	0,1043
5 laboratorios		
Constante	Repetibilidad	Reproducibilidad
b	17,87	17,87
A	0,0437	0,0658

Los valores de precisión calculados por la Ecuac. X1.1 se multiplicaron por $2.828 (2 \times \sqrt{2})$ para convertirlos a la repetibilidad y reproducibilidad definidas de ASTM.

X1.4.4.2 Las curvas de repetibilidad y reproducibilidad para el método de prueba de destilación en el rango de 0 al 0,09 % de agua se presentan en la Fig. X1.1. Estos datos también se visualizan en la Tabla X1.7. Las curvas para el método de prueba centrífuga en el rango de 0 % al 0,2 % de agua se presentan en la Fig. X1.2 (caso de cinco laboratorios) y en la Fig. X1.3 (caso de seis laboratorios).

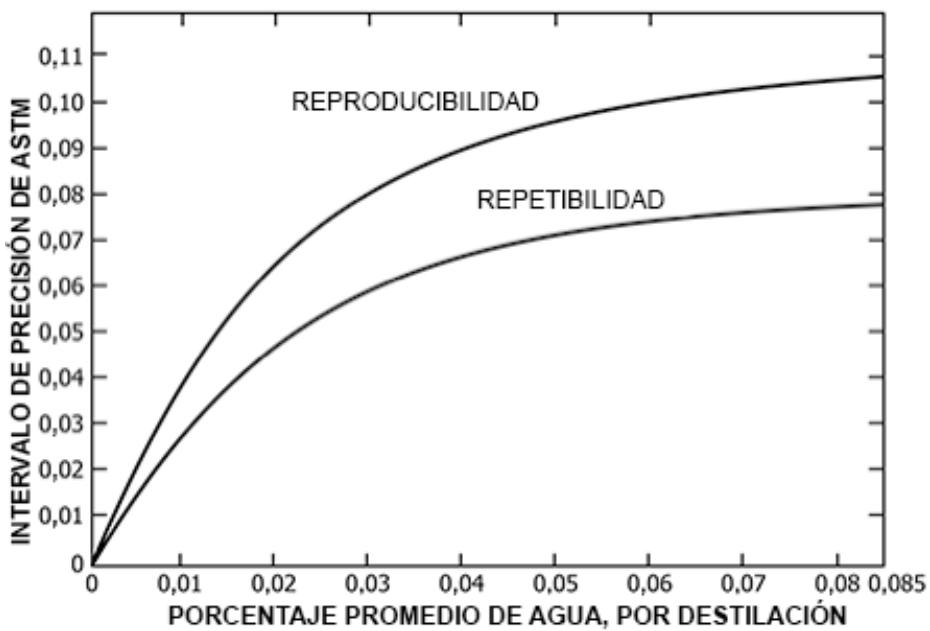


FIG. X1.1 Sedimentos básicos y precisión de agua para el Método de prueba de destilación de ASTM D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) (basado en siete laboratorios)

TABLA X1.12 Intervalos de precisión de ASTM: ASTM D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) (7 laboratorios)

% de agua	Repetibilidad	Reproducibilidad	% de agua
0,000	0,000	0,000	0,000
0,005	0,017	0,023	0,005
0,010	0,030	0,041	0,010
0,015	0,041	0,055	0,015
0,020	0,049	0,066	0,020
0,025	0,056	0,075	0,025
0,030	0,061	0,082	0,030
0,035	0,065	0,087	0,035
0,040	0,068	0,091	0,040
0,045	0,071	0,095	0,045
0,050	0,073	0,097	0,050
0,055	0,074	0,100	0,055
0,060	0,075	0,101	0,060
0,065	0,076	0,103	0,065
0,070	0,077	0,104	0,070
0,075	0,078	0,104	0,075
0,080	0,078	0,105	0,080
0,085	0,079	0,106	0,085
0,090	0,079	0,106	0,090
0,095	0,079	0,106	0,095
0,100	0,079	0,107	0,100
0,105	0,079	0,107	0,105
0,110	0,080	0,107	0,110
0,115	0,080	0,107	0,115
0,120	0,080	0,107	0,120
0,125	0,080	0,107	0,125
0,130	0,080	0,107	0,130

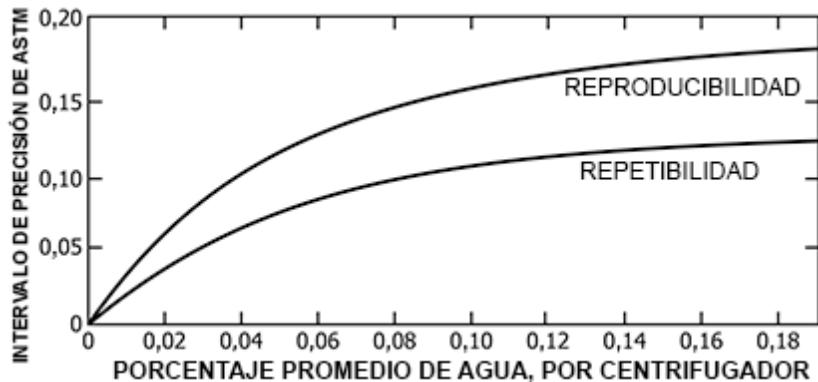


FIG. X1.2 Precisión de agua y sedimentos básicos para el Método de prueba centrífuga de ASTM D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API) (basado en cinco laboratorios)

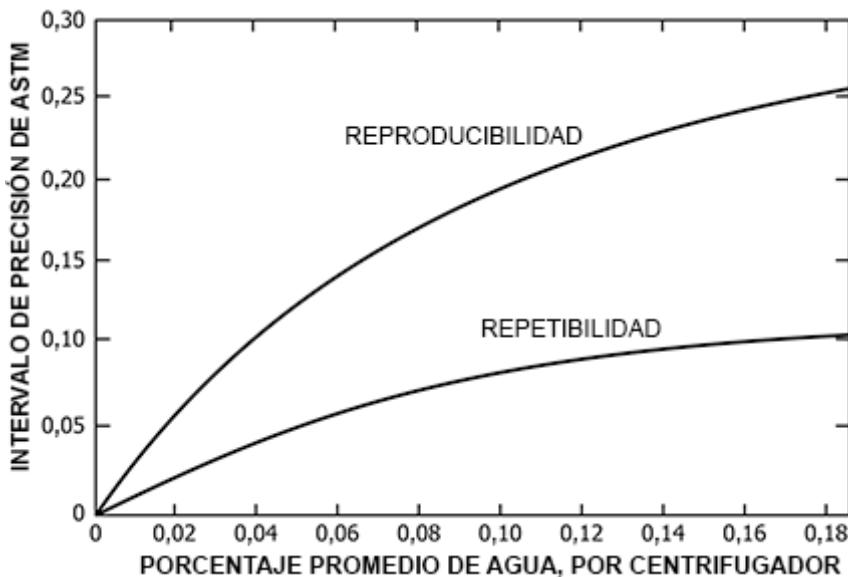


FIG. X1.3 Sedimentos básicos y precisión de agua para el Método de prueba centrífuga de ASTM D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API) (basado en seis laboratorios)

X1.4.4.3 Para niveles superiores de agua, la repetibilidad y reproducibilidad límite es:

Método de prueba	Repetibilidad	
	Rango de concentración, %	Valor, %
Destilación	≥0,085	0,08
Centrífuga (caso de cinco laboratorios)	≥0,155	0,12
Centrífuga (caso de seis laboratorios)	≥0,235	0,12

Método de prueba	Reproducibilidad	
	Rango de concentración, %	Valor, %
Destilación	≥0,085	0,105
Centrífuga (caso de cinco laboratorios)	≥0,325	0,19
Centrífuga (caso de seis laboratorios)	≥0,315	0,29

X1.4.4.4 Cabe destacar que a los niveles de agua inferiores, los “enunciados” de precisión para algunos de los análisis no permiten considerar a ningún par de resultados dudosos. Esto se debe a que el intervalo de precisión supera el valor promedio dos veces. Por ejemplo, en la Fig. X1.1, la repetibilidad a 0,03 % de agua es del 0,061 %. No es posible observar una diferencia superior al 0,06 y promedio fijo de 0,03. Por lo tanto, se admiten un par de observaciones de 0,00 y 0,06.

X1.4.4.5 Se realizaron análisis de varianzas en los datos sin considerar ninguna funcionalidad entre el nivel de agua y la precisión. Se encontró la siguiente repetibilidad y reproducibilidad:

Método de prueba	Repetibilidad	Reproducibilidad
Destilación (siete laboratorios)	0,08	0,11
Centrífuga (seis laboratorios)	0,12	0,28

X1.4.4.6 Estos valores son casi exactamente los mismos que los valores límite obtenidos del ajuste de la curva.

X1.5 Conclusiones y recomendaciones

X1.5.1 Se revisaron los datos obtenidos en una prueba entre siete laboratorios sobre la medición de sedimentos básicos y agua mediante el método de prueba de destilación (Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API)) y el método de prueba centrífuga (Método de prueba D1796 (Capítulo 10.6 de MPMS de API)) en 21 muestras de petróleo crudo. Las conclusiones son:

X1.5.1.1 *Método de prueba de destilación:*

- (1) La precisión está relacionada con el contenido de agua hasta alrededor del 0,08 % de agua.
- (2) En el rango de 0,01 a 0,08, la repetibilidad varía de 0,020 a 0,078 y la reproducibilidad de 0,041 a 0,105.
- (3) Sobre el 0,1 % de agua, la repetibilidad es de 0,08 y la reproducibilidad de 0,11.

X1.5.1.2 *Método de prueba centrífuga:*

- (1) La repetibilidad está relacionada con el contenido de agua hasta alrededor del 0,2 % de agua y la reproducibilidad hasta alrededor del 0,3 %.
- (2) En el rango de 0,01 a 0,2, la repetibilidad varía de 0,01 a 0,11 y la reproducibilidad en el rango de 0,02 a 0,3 de 0,03 a 0,28.

X1.5.2 Se recomienda que:

X1.5.2.1 La precisión debe presentarse como un gráfico en el rango en el que varíe la precisión con el contenido de agua.

X1.5.2.2 La precisión debe presentarse como un enunciado en el cual la precisión sea constante.

X1.5.3 En vista de lo que parece ser un sesgo inferior y una precisión mejor, el Método de prueba D95 (Capítulo 10.5 de MPMS de API) debería ser el método de prueba indicado para utilizar en situaciones críticas.

RESUMEN DE CAMBIOS

El Subcomité D02.02.08 ha identificado la publicación de ciertos cambios a este estándar desde la fecha de la última publicación (D4006 – 11 (2012)^{e1}) que pueden afectar el uso de este estándar. (1 de junio de 2016).

- (1) Se revisó la subsección 9.1.

ASTM International no asume posición alguna con respecto a la validez de ningún derecho de patente alegado en conexión con algún elemento mencionado en este estándar. Se advierte expresamente a los usuarios de este estándar que la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y del riesgo de violación de los derechos, es de su exclusiva responsabilidad.

Este estándar está sujeto a revisiones en cualquier momento por parte del comité técnico responsable, y debe ser revisado cada cinco años. En caso de no ser revisado, deberá ser reprobado o revocado. Lo invitamos a enviar sus comentarios, ya sea para la revisión de este estándar o para la elaboración de estándares adicionales, los cuales deben dirigirse a la Sede Central de ASTM International. Sus comentarios serán cuidadosamente considerados en una reunión del comité técnico responsable, a la cual usted puede asistir. Si siente que sus comentarios no recibieron una audiencia justa, debe comunicar su punto de vista al Comité de Estándares (Committee on Standards) de ASTM, a la dirección que se indica abajo.

Este estándar está protegido por derechos de autor por parte de ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos. Puede obtener impresiones individuales (una o varias copias) de este estándar contactándose con ASTM en la dirección anterior o comunicándose al 610-832-9585 (teléfono), 610-832-9555 (fax), o service@astm.org (correo electrónico); o a través del sitio web de ASTM (www.astm.org). Los derechos de autorización para fotocopiar el estándar también pueden adquirirse por medio de Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel.: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>