

INCALIN

Especialización en Calidad Industrial

Trabajo Integrador Final (TIF)

Calibración de materiales de referencia secundarios de viscosidad

Alumno: Santiago Martin Baldan.

Lugar de trabajo: INTI-Procesos Superficiales, Laboratorio de pinturas.

Contenido

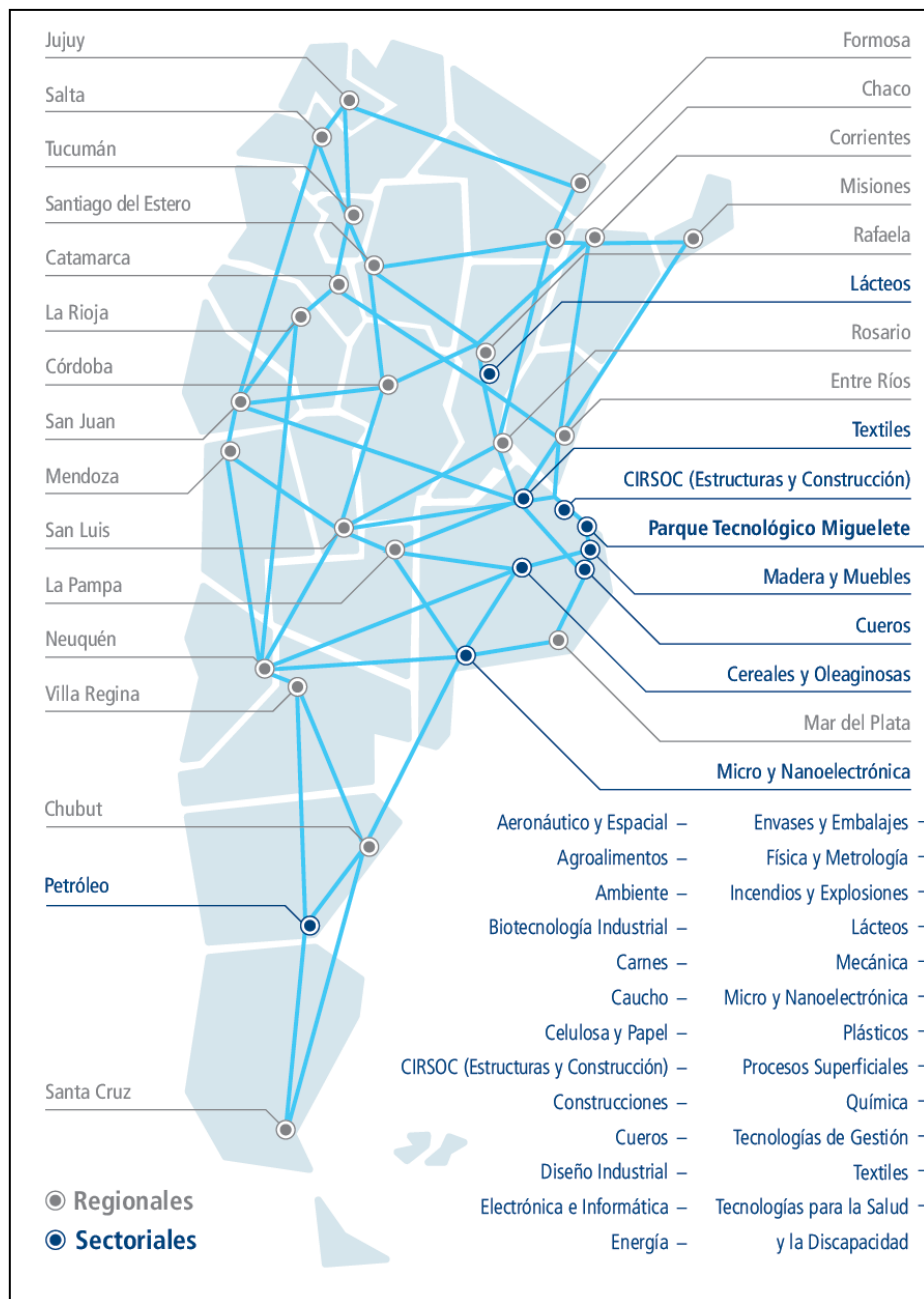
1. Breve descripción de INTI.....	3
2. INTI- Procesos superficiales.....	4
2.1 Sistema de gestión de la calidad en INTI- Procesos superficiales	4
3. Resumen ejecutivo	5
4. Alcance del TIF.....	5
5. Normas de referencia.....	5
6. Tareas a desarrollar	5
6.1 Introducción	6
6.2 Materiales de referencia (aceites)	7
6.3 Procedimiento para la calibración de materiales de referencia secundarios (aceites) de viscosidad	7
6.3.1 Alcance	7
6.3.2 Referencias Normativas	8
6.3.3 Responsabilidades.....	8
6.3.4 Instrumentos	8
6.3.5 Realización del ensayo	8
6.3.6 Informe.....	9
6.3.7 Aseguramiento de la calidad	9
6.4 Cálculo de incertidumbre	9
6.5 Certificación de patrones secundarios.....	10
6.6 Auditorias cruzadas	11
6.7 Oferta del servicio	12
7. Conclusión	12
8. ANEXO	13
8.1 Certificados y acreditaciones de la empresa CANNON INSTRUMENT COMPANY®	14
8.2 Procedimiento Específico “AA”: Registro de Ensayo	19

1. Breve descripción de INTI

El INTI fue creado mediante el Decreto Ley 17.138 del 27 de diciembre de 1957, en el marco del surgimiento de un conjunto de instituciones nacionales destinadas a poner en movimiento, de manera planificada, la inversión pública, la ciencia y la tecnología.

Es un organismo autárquico dependiente del Ministerio de Producción de la Nación, y el principal objetivo es la generación y transferencia de innovación tecnológica a la industria. Asegurar que la calidad de los procesos, bienes y servicios producidos en el país se ajusten a las normas y tendencias mundiales.

Cuenta con 52 centros de investigación y desarrollo distribuidos en el territorio argentino, brindando asistencia en todas las áreas de la industria



2. INTI- Procesos superficiales

La misión del centro es brindar servicios de desarrollo, innovación y asistencia técnica en las áreas de electroquímica, pinturas, corrosión y nanomateriales, promoviendo una constante articulación con el sector industrial, el ámbito académico y la comunidad en general.

Dentro del área técnica de pinturas, sus principales objetivos son:

- Evaluación de características y comportamiento de recubrimientos orgánicos.
- Desarrollo de productos con propiedades específicas.
- Análisis de causa de fallas de recubrimientos aplicados.
- Asesoramiento para la confección de especificaciones técnicas y de compra.
- Asesoramiento en restauración y puesta en valor de patrimonio histórico y cultural.
- Diseño de equipamiento para fabricación y evaluación de recubrimientos.
- Certificación de productos y personas.

2.1 Sistema de gestión de la calidad en INTI- Procesos superficiales

El sistema de gestión de calidad del Centro INTI-Procesos Superficiales (SGC) cubre la realización de procedimientos de ensayo, calibraciones internas y de certificación de personas en áreas de incumbencia de sus Unidades Técnicas y los procedimientos de gestión relacionados. Además, está alineado con los requisitos y criterios establecidos en el Manual del Sistema Integral de Gestión de INTI y documentos anexos SIG de INTI.

El SGC comprende 12 procedimientos generales (PG), el Manual de la Calidad (MC) y 20 procedimientos, que se desglosan en 15 procedimientos específicos de ensayo (cada uno con una o más determinaciones), un procedimiento específico de ensayo in-situ, dos procedimientos de certificación de personas y dos procedimientos de calibración de equipos propios del centro.

3. Resumen ejecutivo

El laboratorio de pinturas del centro INTI-Procesos Superficiales identificó en la industria de la pintura la necesidad de contar con una cadena de trazabilidad metrológica para asegurar la calidad en las mediciones de viscosidad Stormer.

El viscosímetro Stormer es un dispositivo muy utilizado en la industria de la pintura para la medición de viscosidad, cuyo resultado se expresa en unidades Krebs (UK). Dicha unidad no es técnicamente trazable al Sistema Internacional (SI).

Al día de hoy, el centro INTI-procesos superficiales cuenta con materiales de referencia (aceites) con valores certificados proporcionados por un productor competente (ISO/IEC 17025:2017, 6.5.3 a) para asegurar la calidad de sus mediciones. Sin embargo, estos materiales de referencia son extremadamente costosos lo que lo hace prácticamente inaccesibles para las empresas del sector.

Además, es importante destacar que las empresas fabricantes de pinturas llevan a cabo la medición de viscosidad Stormer de manera rutinaria para el control de calidad de lotes de producción, lo que conlleva a un gran número de mediciones por día y en consecuencia una frecuente calibración del equipo. Debido a esto, resulta necesario para las empresas contar con materiales de referencia más robustos y menos costosos que los utilizados por INTI.

4. Alcance del TIF

La propuesta para este trabajo integrador es describir las tareas a desarrollar, para poder incluir en la base de datos del BIPM una nueva capacidad metrológica para el INTI: la preparación y certificación de materiales de referencia secundarios de viscosidad para el aseguramiento de la calidad de las mediciones de las empresas fabricantes de pintura.

5. Normas de referencia

- ASTM D562-10 *Standard test method for consistency of paints measuring Krebs Unit (KU) Viscosity using a Stormer-Type Viscometer*
- ISO 17034:2016 *General requirements for the competence of reference material producers*
- ISO/IEC FDIS 17025:2017 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

6. Tareas a desarrollar

Etapas propuestas para el desarrollo del trabajo:

- a) Búsquedas de materiales de referencia (aceites).
- b) Redacción del procedimiento de calibración.
- c) Cálculo de incertidumbre.
- d) Certificación de patrones secundarios.
- e) Auditoría cruzada.
- f) Oferta del servicio.

6.1 Introducción

La viscosidad indica la resistencia que ofrecen los fluidos a cambiar su forma al estar sometidos a fuerzas exteriores. Es una propiedad muy importante para la pintura, regula las condiciones de aplicación y contribuye a lograr una película con características adecuadas (homogeneidad, buen aspecto y desarrollo de color) ya que se requiere diferente viscosidad de acuerdo al método de aplicación que se utilice (soplete, rodillo, pincel, airless etc...). El viscosímetro Stormer (ver figura 1) consiste en un agitador con dos paletas que se sumerge en la pintura depositada en un cilindro y se pone en rotación por aplicación de pesos a través de un cable que circula por una polea. Se determina el peso necesario para hacer girar el agitador a 100 revoluciones en 30 segundos (200 rpm). La consistencia se expresa en unidades Krebs.

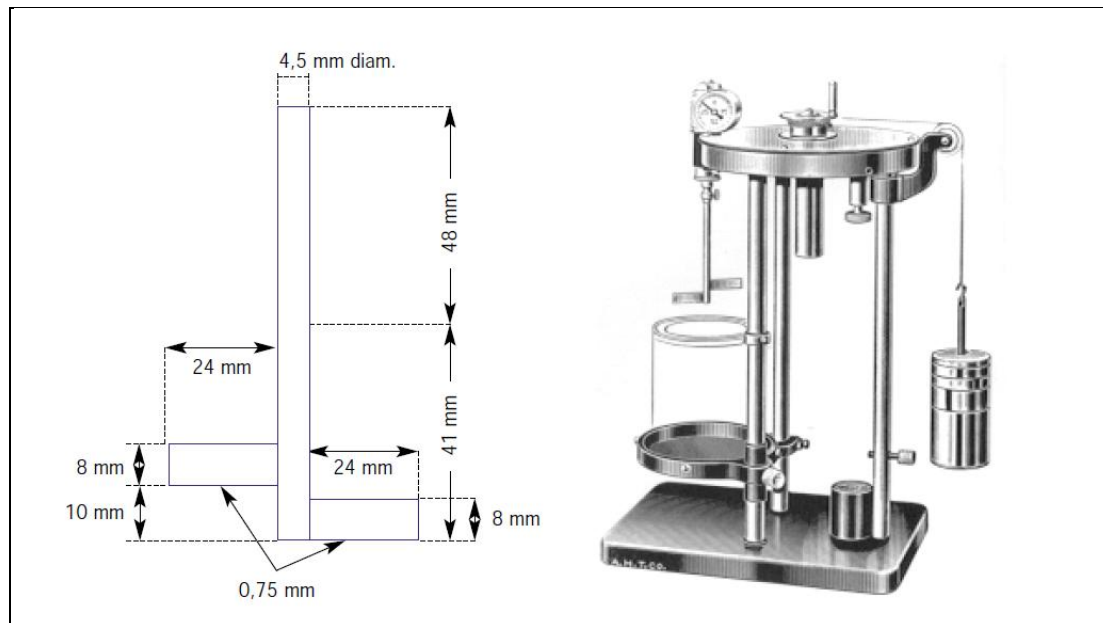


Figura 1: a la izquierda se muestra el agitador con sus dimensiones. A la derecha un viscosímetro stormer tradicional.

El laboratorio de pinturas del centro INTI-Procesos Superficiales cuenta con un viscosímetro Stormer de tipo digital como el que se muestra en la figura 2. Este dispositivo de manera automática logra una rotación del agitador en el fluido de 200 rpm y determina las unidades Krebs (UK).



Figura 2 Viscosímetro Stormer automático del Laboratorio de pinturas

La norma ASTM D562 (método B) establece un método de calibración de viscosímetros Stormer digital que se lleva a cabo a partir de materiales de referencia. El método consiste en la medición de 2 aceites patrones de viscosidad conocida, cuyos valores contengan el rango que se desea medir.

Los aceites patrones deben ser materiales de referencia certificados, proporcionados por un productor competente (ISO/IEC 17025:2017, 6.5.3 a). De esta manera se puede asegurar la calidad de las mediciones.

6.2 Materiales de referencia (aceites)

Como ya se ha mencionado, las unidades Krebs (UK) resultantes del proceso de medición de viscosidad Stormer no son técnicamente trazables al Sistema Internacional (SI), ya que está definida por el proceso de medición (ad hoc), no hay posibilidad de conversión unívoca de una unidad UK a una unidad del SI. Por este motivo, el laboratorio recurre para la compra de aceites a productores competentes tal como lo estipula la norma ISO/IEC 17025:2017, 6.5.3 a).

Actualmente, el laboratorio recurre a la compra de aceites para medición de viscosidad producidos por la empresa CANNON INSTRUMENT COMPANY®. Esta compañía cuenta con las siguientes certificaciones y acreditaciones que dan cuenta de su competencia para la elaboración de los materiales de referencia en cuestión:

- Certificación ISO 9001:2015 con el siguiente alcance “diseño, fabricación y certificación de estándares de viscosidad y la certificación de viscosidad de materiales suministrados por el cliente. La provisión de servicios de calibración para viscosímetros.” Certificado otorgado por DQS.
- Acreditación ISO GUIDE 34:2009 como productor de materiales de referencia (aceites) para medición de viscosidad. Acreditación según A2LA
- Acreditación ISO/IEC 17025:2005 como laboratorio de calibración. Acreditación según A2LA.

En el anexo se muestran los certificados con sus respectivos alcances. También se adjunta, a modo de ejemplo, un certificado de un aceite patrón.

Los aceites provistos son costosos y de una calidad elevada para las necesidades de la industria, que requiere de materiales de referencia más robustos y menos costosos.

6.3 Procedimiento para la calibración de materiales de referencia secundarios (aceites) de viscosidad

6.3.1 Alcance

Este procedimiento se aplica para la determinación de viscosidad Stormer de aceites para ser utilizados como materiales de referencia secundarios, dentro del siguiente rango de viscosidades:

- Unidades Krebs: 40 a 140 UK

6.3.2 Referencias Normativas

- ASTM D562-10 Standard test method for consistency of paints measuring Krebs Unit (KU) Viscosity using a Stormer-Type Viscometer

6.3.3 Responsabilidades

Las responsabilidades del Director Técnico del centro, del responsable de calidad, coordinadores de UTs y personal de laboratorio y secretaría están descritas en el manual de calidad.

6.3.4 Instrumentos

- Viscosímetro Stormer Digital (figura 2)
- Termómetro
- Baño termostático

6.3.5 Realización del ensayo

TEMPERATURA AMBIENTE

Durante todo el ensayo se verificará que la temperatura ambiente del laboratorio sea 25 ± 1 °C.

MUESTRAS A ENSAYAR

La muestra a ensayar debe ser de un volumen mínimo de 500 cm³.

SECUENCIA

1. Llevar uno de los aceites estándar a una temperatura de $25,0$ °C $\pm$ $0,2$ °C
2. Una vez alcanzada la temperatura indicada, registrarla en la planilla PEAA (ver Anexo) como “temperatura inicial”.
3. Inmediatamente, colocar el recipiente sobre el adaptador del viscosímetro y mover la manija (knob) del viscosímetro hacia la posición más baja (el rotor se sumerge en el líquido hasta la entalla).
4. El eje comenzará a rotar automáticamente cuando la manija está a 1,2 cm de la posición más baja.
5. Cuando se estabiliza el valor de viscosidad que indica el display del equipo (luego de 5 segundos) bajar el interruptor identificado “HOLD”, se registra el resultado (en unidades Krebs) en la planilla de registro de ensayo PEAA (**ver Anexo**).
6. Tomar nuevamente la temperatura del aceite y registrarla en la planilla PEAA como “temperatura final”.
7. Levantar la palanca y limpiar la paleta con solvente apropiado.
8. Repetir los pasos 1 a 7 con el aceite estándar restante.
9. Si la viscosidad medida de los aceites estándar está dentro de $\pm 5\%$ del valor especificado para cada uno, se considera que la verificación es satisfactoria. Sólo en este caso se continuará con la evaluación de la muestra. En caso contrario se interrumpe el ensayo, se deja registrado en la planilla PEAA. y se da aviso al responsable de calidad.
10. Homogeneizar la muestra por agitación en el envase original.

11. Transvasar la muestra a un envase de hojalata de 500 cm³, llevándolo hasta aproximadamente 20 mm del borde superior.
12. Llevar la muestra a 25 °C ± 0,2 °C, tomar su temperatura y registrarla en la planilla PEAA. como “temperatura inicial”.
13. Medir la viscosidad de la muestra según los puntos 3 a 7 de este procedimiento de ensayo.
14. Limpiar todos los elementos utilizados y las mesadas.

Nota 1: En el caso de repetir el ensayo sobre una misma muestra se debe indicar en el espacio correspondiente a las observaciones el motivo de dicha repetición como así también cuando se anula un resultado. Junto con el CUT se determinará el valor que se informará al solicitante, dejando explícito en el registro de ensayo el criterio definido.

Nota 2: Para los pasos 1 y 12 está a disposición el baño termostático.

6.3.6 Informe

Se debe informar:

- La viscosidad medida en unidades Krebs (UK) y la incertidumbre asociada con no más de dos cifras significativas (ver Cálculo de incertidumbre).
- La temperatura de la muestra durante el ensayo.
- Si fuese necesario, observaciones.

6.3.7 Aseguramiento de la calidad

Ver cálculo de incertidumbre

6.4 Cálculo de incertidumbre

A continuación se muestra un procedimiento de cálculo de incertidumbre aplicado a la medición de viscosidad de pinturas. Sin embargo, para la medición de aceites el procedimiento sería similar:

Factores a evaluar como posibles fuentes de incertidumbre

Según la norma de referencia, punto 19, Precisión y Sesgo (pág. 6/6) para este ensayo,

- Repetibilidad: se considera satisfactoria si el promedio de mediciones sobre el mismo material no difiera en más de 2% en KU
- Reproducibilidad: se considera satisfactoria si el promedio de mediciones no difiere en más de 5%
- Sesgo: 'dado que no existe un material de referencia certificado para este método de ensayo, no puede determinarse el sesgo'

Con esta limitación, para este ensayo se estima:

- Repetibilidad: se realizaron 5 determinaciones de viscosidad sobre un mismo material (pintura tipo látex), con tiempo de agitación de 5 minutos y tiempo de 1 hora entre cada determinación, con los siguientes resultados:

Fecha: 10.08.2017

INCALIN- Especialización en calidad industrial- 2018
Trabajo Integrador Final (TIF) - Santiago M. Baldan

temperatura inicial (°C)	temperatura final (°C)	viscosidad (UK)	masa (gm)
24,5	24,5	100,8	360
24,8	24,8	99,8	349
24,8	24,8	100,6	358
24,8	24,8	100,3	354
24,8	24,8	100,3	354

(*) Temperatura ambiente 25,0 °C

Promedio= 100,3 UK

Desviación standard= 0,3 UK

- Exactitud del equipo de medición: según especificación del fabricante, es de 1% del rango de plena escala, por lo que en este ensayo puede estimarse como 1 KU
- Influencia de la temperatura: el requerimiento de la norma es de 25,0 +/- 0,2 °C. Según el certificado de calibración del termómetro utilizado, la curva de interpolación para la corrección de lectura del termómetro en el rango de temperatura 19-25 °C es

Corrección (°C) = -0.0126923 x temperatura (°C) + 0,190384 (°C)

Con coeficiente de correlación $R^2 = 0,9972$. Por otra parte, según la norma de referencia (Apéndice) la variación de viscosidad por temperatura para pinturas con base agua es de 4 KU por 1 °C de variación de temperatura. Por lo tanto, en caso de no corregir la lectura del termómetro, el aporte a incertidumbre de medición puede estimarse en el peor de los casos como 1,2 KU

De lo anterior, y siguiendo la guía GUM para tratamiento de incertidumbre de medición (aportes tipo A y B, combinación y expansión para intervalo de confianza 95%), se estima una incertidumbre de medición expandida de

$$2 \times \sqrt{0,3^2 + 1^2 + 1,2^2} = 3 \text{ KU}$$

Para el rango de medición considerado en el procedimiento

6.5 Certificación de patrones secundarios

Para lograr el objetivo de producir patrones secundarios certificados, se tomará como referencia la norma ISO 17034 "requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia". Como su nombre lo indica, ésta norma internacional especifica los requisitos generales para la competencia y la operación coherente de los productores de materiales de referencia.

Los requisitos técnicos y de producción de materiales de referencia (incluyendo los materiales de referencia certificados), se enuncian en el capítulo 7 de la norma y se resumen en el siguiente cuadro:

INCALIN- Especialización en calidad industrial- 2018
Trabajo Integrador Final (TIF) - Santiago M. Baldan

Requisitos generales	Todos los MR	MRC	Apartado aplicable
Planificación de la producción	Requerido	Requerido	<u>7.2</u>
Control de la producción	Requerido	Requerido	<u>7.3</u>
Manipulación y almacenamiento de material	Requerido	Requerido	<u>7.4</u>
Procesamiento de material	Requerido	Requerido	<u>7.5</u>
Procedimientos de medición	Requerido	Requerido	<u>7.6</u>
Equipos de medición	Requerido	Requerido	<u>7.7</u>
Integridad de los datos y evaluación	Requerido	Requerido	<u>7.8</u>
Trazabilidad metrológica de los valores certificados	No Requerido	Requerido	<u>7.9</u>
Evaluación de la homogeneidad	Requerido	Requerido	<u>7.10</u>
Evaluación y seguimiento de la estabilidad	Requerido	Requerido	<u>7.11</u>
Caracterización	Requerido, cuando se asignen valores	Requerido	<u>7.12</u>
Asignación de valores de propiedad	Requerido, cuando se asignen valores	Requerido	<u>7.13</u>
Asignación de incertidumbres de los valores de propiedad	No Requerido	Requerido para valores certificados	<u>7.13</u>
Documentos y etiquetas del MR	Requerido	Requerido	<u>7.14</u>
Servicio de distribución	Requerido	Requerido	<u>7.15</u>
Control de la calidad y registros técnicos	Requerido	Requerido	<u>7.16</u>
Gestión del trabajo no conforme	Requerido	Requerido	<u>7.17</u>
Tratamiento de quejas	Requerido	Requerido	<u>7.18</u>

6.6 Auditorías cruzadas

El sistema integral de gestión de la calidad de INTI (SIG-INTI), cuenta con una descripción del proceso de auditorías cruzadas (DP08), es decir, una auditoría realizada a un centro o dependencia de INTI, con el propósito de evaluar su sistema de gestión y/o competencia técnica declarada, realizada por auditores independientes del centro o dependencia evaluada.

Las auditorías cruzadas siguen las directrices establecidas en la Norma ISO 19011 y cuentan con un “programa anual de auditorías cruzadas” que es confeccionado por año calendario por el director del departamento de metrología científica e industrial, contemplando tanto las auditorías de gestión como las técnicas, incluyendo dentro de su alcance la producción de materiales de referencia.

Para que la calibración de patrones secundarios de viscosidad sea parte del programa anual de auditorías, el centro INTI- Procesos Superficiales debe declararlas como capacidad de medición en el registro FR02 MG “Lista de CMC’s declaradas por los centros INTI (magnitudes físicas)”.

Las auditorías deben verificar el cumplimiento de los requisitos de la norma ISO 17034. Durante las mismas, el auditor va revelando los diferentes aspectos dentro del alcance, a través del análisis de la documentación y registros, entrevistas al personal auditado, preguntas y re preguntas etc., y registrando los aspectos destacables.

La evaluación puede incluir la selección al azar de objetos o ítems ingresados para su medición y calibración, y chequear cada operación asociada con él, incluyendo registros, personal, equipos utilizados, métodos, procedimientos, trazabilidad de las mediciones, registros

primarios, evaluación de las incertidumbres, condiciones ambientales, almacenamiento, contenido del certificado etc...

Como resultado, el auditor confecciona un informe con toda la información especificada en el mismo procedimiento.

6.7 Oferta del servicio

Una vez finalizado todos los pasos precedentes, se debe agregar a la oferta tecnología del centro un ítem que comprenda la calibración de materiales de referencia secundarios de viscosidad con su respectivo valor. A partir de allí, se comenzará con el proceso de difusión de dicha oferta en congresos, exposiciones y multimedios de INTI para informar a los futuros usuarios.

7. Conclusión

Con la incorporación de la producción de materiales de referencia secundarios certificados como oferta tecnológica del centro INTI-Procesos superficiales se espera cumplir una histórica demanda de la industria de la pintura con respecto a los controles de viscosidad en lotes de producción, fortaleciendo así los lazos con la industria.

La utilización de estos materiales de referencia les permitirá a los productores de pintura asegurar la calidad de sus productos, evitando reprocesos, reclamos de clientes y todas las pérdidas de dinero asociadas.

8. ANEXO

8.1 Certificados y acreditaciones de la empresa CANNON INSTRUMENT COMPANY®

<https://www.cannoninstrument.com/en/content/quality-certifications>

Certificación ISO 9001:2015



Acreditación ISO/IEC 17025:2005



Accreditación ISO GUIDE 34:2009



INCALIN- Especialización en calidad industrial- 2018
Trabajo Integrador Final (TIF) - Santiago M. Baldan

Ejemplo de certificado de material de referencia emitido por CANNON INSTRUMENT COMPANY®



2139 High Tech Road
State College, PA 16803
814-353-8000 • 800-676-6232 • Fax 814-353-8007
cannon@cannoninstrument.com
www.cannoninstrument.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

CANNON® CERTIFIED VISCOSITY REFERENCE STANDARD					
Viscosity Standard: N1000KU			Lot Number: 16101		
Certification/Issue Date: 04/29/2016			Expiry Date: 04/30/2018		
Temperature		Kinematic Viscosity	Dynamic Viscosity	Density	Krebs Unit
° C	° F	mm ² /s (cSt)	mPa·s (cP)	g/cm ³ (g/mL)	KU
23.00	73.40	2858	2424	0.8481	113 K.U.
24.00	75.20	2668	2261	0.8475	110 K.U.
24.50	76.10	2578	2184	0.8472	109 K.U.
25.00	77.00	2492	2110	0.8469	108 K.U.
25.50	77.90	2409	2040	0.8466	107 K.U.
26.00	78.80	2330	1972	0.8463	106 K.U.

Tested and certified in the U.S.A.

This Certificate of Analysis shall not be reproduced, except in full, without the written approval of CANNON Instrument Company.

USAGE INFORMATION¹

Intended Use and Instructions: This CANNON® Certified Viscosity Reference Standard is intended for but not restricted to the calibration and performance verification of various types of viscometers or density measurement equipment. Consult user's manual and test methods specific to your equipment for operating instructions and procedures.

Storage and Handling: This CANNON® Certified Viscosity Reference Standard should be stored in the original container with the lid tightly closed, away from direct light, and at ambient temperatures and normal laboratory conditions. The standard was prepared in accordance with CANNON® Standard Laboratory Operating Procedures to ensure homogeneity and therefore mixing is unnecessary before use and no minimum sample volume is required.

Composition and Product Safety: This CANNON® Certified Viscosity Reference Standard is composed of: *Poly-Alpha-Olefin (100%)* [CAS#(s) 68037-01-4]. Consult MSDS for complete product safety information.

Expiration of Certification: The certification of this CANNON® Certified Viscosity Reference Standard is valid, within the stated measurement uncertainty, until the expiry date that appears on this certificate, provided the material is stored and handled as stated. This certification is deemed null and void if the standard is modified or contaminated. The shelf life was determined empirically through a historical evaluation of material stability. If substantive technical changes occur to the product which affects the certification before the expiry date, CANNON Instrument Company will contact the purchaser.

ISO/IEC 17025

ACCREDITED
Calibration Laboratory
CERT#1262.01

ISO Guide 34

ACCREDITED
Reference Material Producer
CERT#1262.02

The inclusion of the A2LA and ILAC MRA logos does not imply certification/approval of the products calibrated or tested.

ISO 9001
Registered by UL-DQS #10002540 QM

BOTTLED BY

1A

Certification Under Supervision of:

D.B. Trowbridge, Ph.D.
J.T. Mastropierro
M.T. Zubler

Page 1 of 2

CIC GP Std Data Grid

©2011

0212

INCALIN- Especialización en calidad industrial- 2018
Trabajo Integrador Final (TIF) - Santiago M. Baldan

DISCUSSION OF DATA¹

Derivation of Certified Values: CANNON Instrument Company certifies that the kinematic viscosities were determined by the Master Viscometer technique reported in the Journal of Research of the National Bureau of Standards, (Vol. 52, No. 3, March 1954, Research Paper 2479) using CANNON® Laboratory Standard viscometers. All temperature measurements were conducted according to The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90) using SPRTs with fixed point calibrations. The provided viscosity data are based upon the primary standard, water at 20 °C, with a kinematic viscosity of 1.0034 mm²/s and an assigned accuracy of ± 0.17% as per ISO 3666. See also ASTM methods D2162, D445, D446, D2161, and ISO methods 3104 and 3105.

Kinematic viscosity (ν) measurements in mm²/s at temperatures of 20, 25, 37.78, and 40 °C were generally made using CANNON® and/or Cannon-Ubbelohde (long capillary) Master viscometers, as described in ASTM methods D2162, D445, and D446. Measurements at other temperatures have been made using Cannon-Ubbelohde Laboratory Standard viscometers.

Density (ρ) in g/cm³ (g/mL) was generally determined through measurement in an oscillating U-tube digital density meter or modified Bingham pycnometer. See ASTM methods D4052, D1480, and D1217.

Dynamic viscosity (η) in mPa·s was generally determined by measuring the kinematic viscosity and multiplying it by the density at the same temperature [$\eta = \nu \cdot \rho$]. In some cases, dynamic viscosity was measured directly using Cannon-Manning Vacuum Laboratory Standard viscometers. See ASTM method D2171.

Where appropriate, the kinematic viscosity, dynamic viscosity, or density at certain temperatures was determined through regression of all measured data using industry standard equations. These equations include the linear or quadratic viscosity/density-temperature equation derived from the ASTM viscosity-temperature charts for petroleum products as well as the NBS viscosity-temperature equation for petroleum products. See ASTM method D341 and NBS equation.

The Krebs Unit (KU) is often used for the Thomas-Stormer viscometer, and was determined through mathematical conversion of the dynamic viscosities in mPa·s by the following equations referenced in Table 1.

TABLE 1

Over the Viscosity Range of 200 to 2100 mPa·s ^a :	Over the Viscosity Range of 2100 to 5000 mPa·s ^a :
$\ln(KU) = 1.1187 + 0.8542 \ln(0.1938\eta + 36) - 0.0443[\ln(0.1938\eta + 36)]^2$	$\ln(KU) = 1.8118 + 0.596 \ln(0.1938\eta + 36) - 0.0206[\ln(0.1938\eta + 36)]^2$
^a The KU equations have been developed to be within 1 KU unit over the range of 200 – 5000 mPa·s since no absolute definition of the Krebs Unit exists. These equations should not be used to extrapolate outside this viscosity range.	

Traceability: All data are traceable to intrinsic standards and National Institute of Standards and Technology (NIST) calibration or calculated by ASTM or NIST methods. Kinematic viscosity values are traceable to the viscosity of water. Temperature measurements were conducted with SPRTs that have NIST traceable fixed-point calibrations. A complete traceability statement is available for purchase from CANNON Instrument Company.

Measurement Uncertainty: CANNON Instrument Company has determined and reported the measurement uncertainty of its laboratory capabilities. The expanded uncertainties of the laboratory measurements summarized at the 95% confidence interval are as follows:

Kinematic Viscosity (- 40 °C to + 150 °C)

Range of Kinematic Viscosity (mm ² /s)	Expanded Uncertainty* (%) at Temperatures:		
	<15°C	15 to 45°C	>45°C
<10	0.21	0.16	0.21
10-100	0.26	0.22	0.26
100-1000	0.32	0.29	0.32
1000-10,000	0.47	0.38	0.38
10,000-100,000	0.53	0.44	0.48

Density (- 56 °C to + 150 °C)

Range of Density (g/cm ³)	Expanded Uncertainty* (kg/m ³)
0.7 – 1.2	0.05

* An expanded uncertainty U is determined by multiplying the combined standard uncertainty u_c by a coverage factor k : $U = k u_c$ where $k=2$. See NIST Technical Note 1297, 1994 edition, Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results.

The expanded uncertainty for dynamic viscosity can be considered equivalent to the expanded uncertainty for kinematic viscosity since the uncertainty contribution of the density measurement is deemed negligible in the calculation of the total expanded uncertainty.

CANNON Instrument Company 2139 High Tech Road State College, PA 16803 USA 814 353-8000 • 800 676-6232 • FAX 814 353-8007	Laboratory Technical Director:	D.B. Trowbridge, Ph.D.
	Deputy Laboratory Technical Director:	J.T. Mastropierro
	Director of Quality Assurance:	M.T. Zubler

¹Consult www.cannoninstrument.com for additional information.

8.2 Procedimiento Específico “AA”: Registro de Ensayo

Fecha:

Operador:

Temperatura ambiente:

OT / S.O.T	Muestra	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Valor medido (UK)	Observaciones

Aceite estándar identificación	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Valor medido (UK)	Intervalo de aceptación	Resultado de la verificación	Observaciones
					Verificación OK ☐ Fuera de intervalo de aceptación ☐	
					Verificación OK ☐ Fuera de intervalo de aceptación ☐	

Estado del equipo:.....

Estado de los aceites estándar:...../ calibración vigente SI ☐ NO ☐

Vº Bº.....

Nota: En el caso de repetir el ensayo sobre una misma muestra se debe indicar en el espacio correspondiente a las observaciones el motivo de dicha repetición como así también cuando se anula un resultado. Junto con el C.U.T. se determinará el valor que se informará al solicitante, dejando explícito en el registro de ensayo el criterio definido