SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-D-250-1987

INDUSTRIA AUTOMOTRIZ ANTICONGELANTE/REFRIGERANTE-PUNTO DE CONGELACION-METODO DE PRUEBA

AUTOMOTIVE INDUSTRY ANTIFREEZE/COOLANTFREEZING POINT-TEST METHOD.

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

I N D I C E

Capitulo

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

2. REFERENCIAS

3. DEFINICION

4. PRINCIPIO O FUNDAMENTO

5. REACTIVOS Y MATERIALES

6. APARATOS Y EQUIPO

7. PROCEDIMIENTO

8. EXPRESION DE RESULTADOS

9. INFORME DE LA PRUEBA

10. APENDICE

11. BIBLIOGRAFIA

12. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

INDUSTRIA AUTOMOTRIZ ANTICONGELANTE/REFRIGERANTE-PUNTO DE CONGELACION-METODO DE PRUEBA

AUTOMOTIVE INDUSTRY ANTIFREEZE/COOLANTFREEZING POINT-TEST METHOD.

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION.

Esta Norma Mexicana establece el método de prueba para la determinación del punto de congelación en soluciones acuosas de anticongelante/refrigerante, usado en vehículos de motores de combustión interna.

2. REFERENCIAS.

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX -D 242 Industria Automotriz –Anticongelante/ Refrigerante- Muestreo y preparación de soluciones acuosas.

3. DEFINICION.

Para los propósitos de esta norma se establece la siguiente definición:

3.1 Punto de congelación.

Es la temperatura a la cual empieza la cristalización de un líquido en ausencia de sobre-enfriamiento, o la temperatura máxima alcanzada inmediatamente después de la formación inicial de cristales en el caso de someter la muestra a un sobre enfriamiento.

4. PRINCIPIO O FUNDAMENTO.

Este método consiste en la determinación del punto de congelación de una muestra de anticongelante/refrigerante a partir de su curva tiempo-temperatura de enfriamiento, el punto de congelación es la intersección de las proyecciones de la curva de enfriamiento y la de congelación. Si la solución es sometida a un sobre-enfriamiento el punto de congelación es la temperatura máxima alcanzada.

5. REACTIVOS Y MATERIALES.

5.1 Reactivos.

5.1.1 Líquido de enfriamiento.

CO_2 (hielo seco) disuelto en alcohol, acetona, etc. (véase nota 2).

5.1.2 Nitrógeno líquido.

Se recomienda para determinaciones de punto de congelación menores a 227 K (-46° C).

5.2 Materiales.

- Material común de laboratorio.

6. APARATOS Y EQUIPO.

6.1 Equipo para la determinación de punto de congelación (véase figura 1).

6.2 Baño de enfriamiento.

- Vaso de precipitados de 2 litros de capacidad.

- Lana de vidrio.

6.3 Tubo de congelación.

- Frasco "Deward" de 200 ml de capacidad (plateado opcional) véase figura 2 o 5.

- Tapón de hule con un orificio central para el paso del termómetro y un segundo orificio colocado a un lado del primero para el paso del agitador (véase figura 1 y 4).

6.4 Mecanismo de agitación.

- Alambre de 1.6 mm de diámetro con 5 vueltas en la punta, cada una de ellas debe estar espaciada tan espaciada que cuando el agitador esté arriba durante su operación, no salgan de la superficie de la muestra.

- Motor de limpiaparabrisas, en el debe sujetarse el alambre, para proporcionarle un movimiento lineal, durante la carrera de dicho Se debe ajustar la carrera del motor para operar entre 60 y 80 golpes por minuto.

FIGURA 1.

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL PUNTO DE CONGELACION

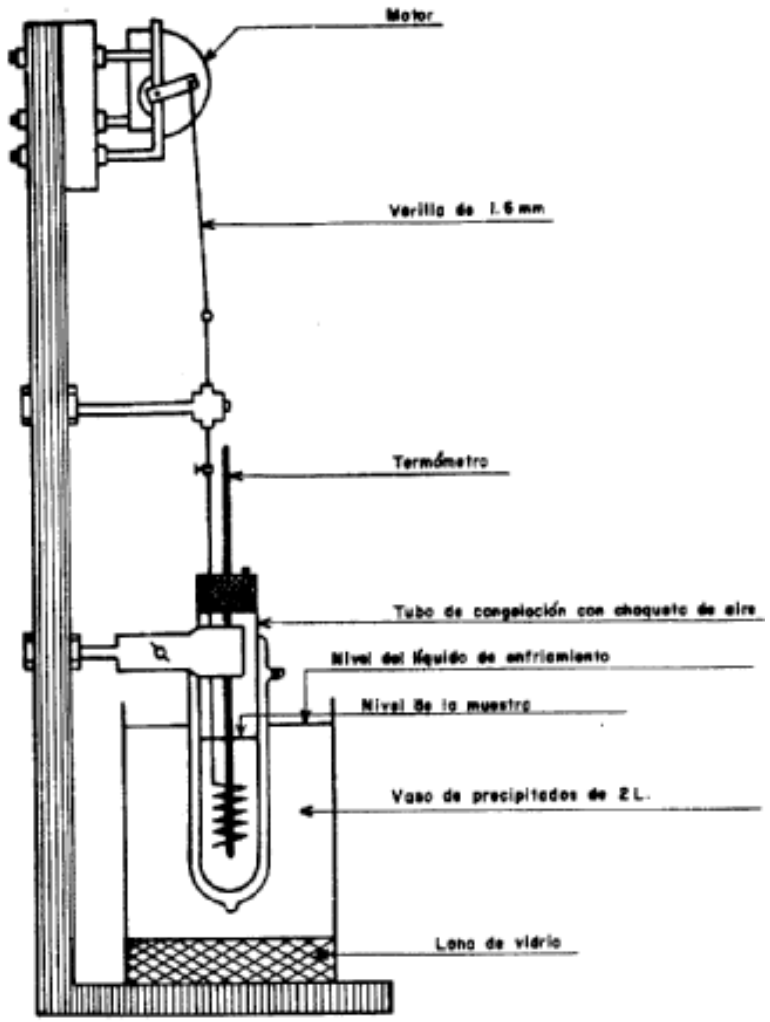


FIGURA 2.

ASIENTO DEL TUBO DE ENFRIAMIENTO QUE MUYESTRA EL TIPO DE SIEMBRA

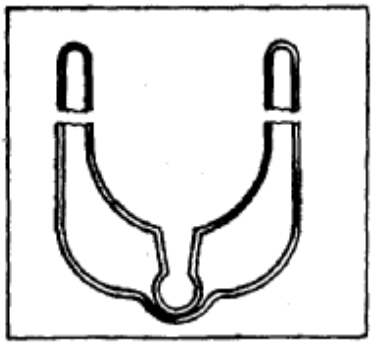


FIGURA 3.

GRAFICA DE PUNTO DE CONGELAMIENTO

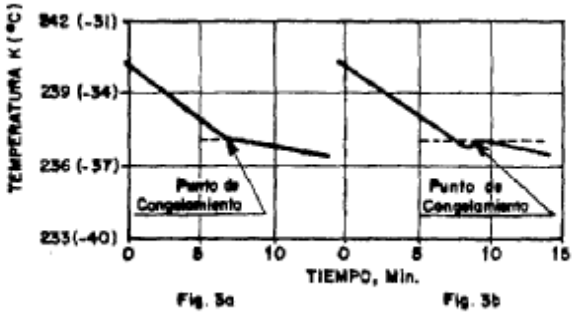


FIGURA 4.

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL PUNTO DE CONGELACION

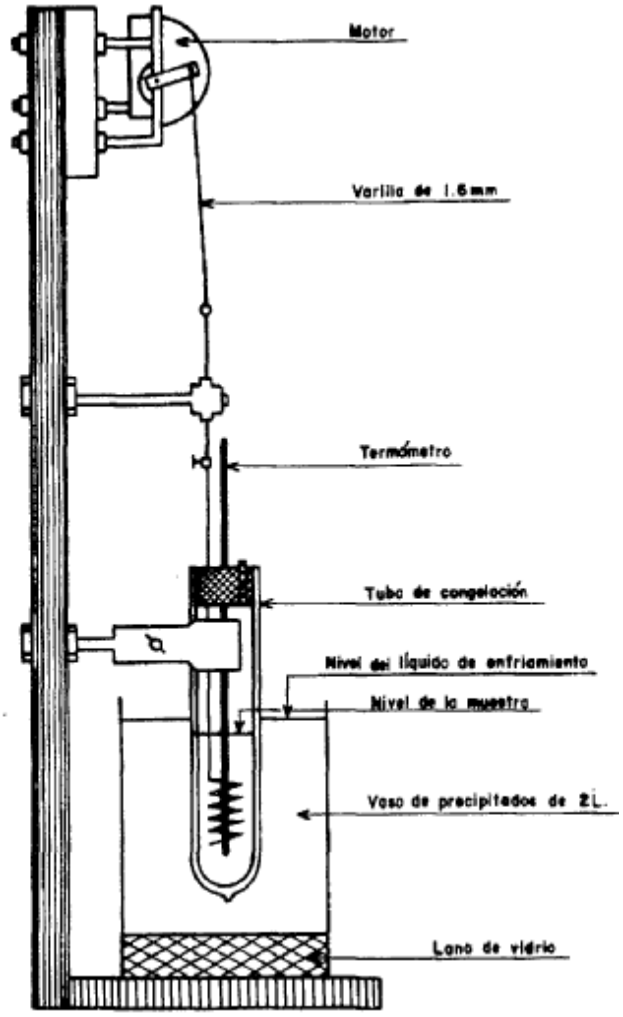
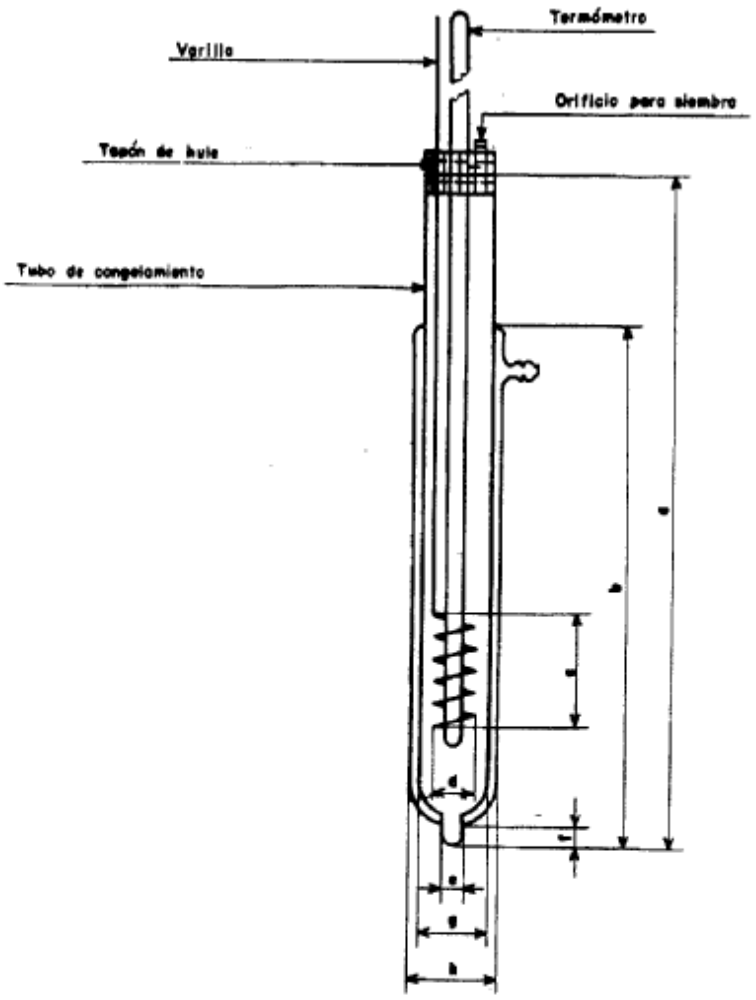


FIGURA 5.

TUBO DE CONGELACION CON CHAQUETA DE AIRE



a).- 280 a 300 mm.
b).- 200 a 230 mm.
c).- 40 a 50 mm.
d).- 18 a 22 mm.
e).- 5 a 7 mm.
f).- 20 mm. Aprox.
g).- 27 a 29 mm.
h).- 44 a 46 mm.

Nota 1.- Un golpe es considerado como un ciclo completo del movimiento del agitador hacia arriba y hacia abajo dentro del tubo de congelación.

6.5 Medición de la temperatura.

- Termómetro resistente a un termopar de Cu - constantan, con una sensibilidad de 0.1 K (0.1°C), previamente calibrado.

- Termómetro con una escala de 236 a 275 K (-37 a + 2) ° C o de 219 a 258 K (-54 a -15)°C.

7. PROCEDIMENTO.

- Ensamblar el equipo como se describe en la figura 1, sin el líquido de enfriamiento y la muestra de anticongelante/refrigerante colocadas en su lugar. Colocar en el fondo del vaso de precipitados una capa de lana de vidrio, con la finalidad de protegerlo de posibles daños con la punta del tubo de congelación.

- Verificar los golpes del mecanismo de agitación.

- Llenar el vaso de precipitados con el líquido de enfriamiento, al cual se le debe adicionar de vez en cuando trozos de hielo seco para mantener la temperatura de enfriamiento.

Nota 2.- Antes de agregar el líquido de enfriamiento se puede colocar una capa de hielo seco de por lo menos 1.3 mm de espesor, la cual se debe mantener durante toda la determinación.

- Quitar el tapón del tubo de congelación e introducir de 75 a 100 ml de muestra previamente preparada como lo indica la NMX-D-242 (véase capitulo 2, referencias).

- Iniciar la agitación e ir registrando la temperatura de enfriamiento de la muestra a intervalos de tiempos regulares.

- Al acercarse a la temperatura del punto de congelación esperado, se recomienda efectuar las lecturas de temperatura cada 15 s y/o iniciar siembras de la muestra dentro del tubo de congelación, lo cual solo es aplicable si la velocidad de enfriamiento es menor a 1 K/min (1°C/min)

Nota 3. - Las siembras son más fáciles de hacer si se introduce un pequeño tubo con muestra directamente en el líquido de enfriamiento.

8. EXPRESION DE RESULTADOS.

8.1 Graficar la temperatura observada contra el tiempo, durante la determinación del punto de congelación

8.1.1 Figura 3 a. - El punto de congelación es la intersección entre la proyección de la curva de enfriamiento y la porción plana de la curva de congelación.

8.1.2 Figura 3 b. - E1 punto de congelación en muestras que se someten a sobre-enfriamiento es la temperatura máxima alcanzada inmediatamente después del sobre-enfriamiento.

8.2 Precisión.

Los resultados no deben diferir en promedio en más de los siguientes valores:

8.2.1 Repetibilidad . - Un operador y un equipo 0. 3 K (0.3 ° C) .

8.2.2 Reproducibuidad.- Diferentes operadores y equipos 0.6 K (0.6°C).

9. INFORME DE LA PRUEBA.

E1 informe debe incluir los siguientes datos como mínimo:

- Datos completos de identificación de la muestra.

- Referencia al método o norma utilizada.

- Número de lote.

- Gráficas de temperatura-tiempo, durante la determinación del punto de congelación

- Fecha y lugar de la determinación.

- Nombre del analista.

- Cualquier anomalía observada durante su determinación.

10. APENDICE.

10.1 E1 nitrógeno liquido debe descargarse cada que se use, para evitar accidentes como explosiones originadas por el oxigeno y/o compuestos orgánicos del anticongelante, disueltos en él.

10.2 Se recomienda utilizar un termómetro ASTM 75C o 76C.

11. BIBLIOGRAFIA.

Annual Book of ASTM Standards-Volume 15-01-1985.

ASTM-D-1177-82 Standard Test Method for: Freezing Point of Aqueous Engine Coolant Solution.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

No se puede establecer concordancia por no existir referencia al momento de la elaboración de la presente.

México, D. F., a 7 OCTUBRE 1987.

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.