

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1133:1999**

**PRODUCTOS DEL PETRÓLEO.
DETERMINACIÓN DE AZUFRE.
MÉTODO DE ALTA TEMPERATURA**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 1133-82 fue elaborada de acuerdo a los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT4 Petróleo, Gas y sus Derivados por el Subcomité Técnico SC5 Métodos de ensayo, y aprobada por FONDONORMA en la reunión del Consejo Superior No. 99-04 de fecha 14/04/99.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades: PDVSA-MANUFACTURA y MERCADEO; PDVSA-GAS; PDVSA-INTEVEP; DELTAVEN; MINISTERIO DE ENERGÍA Y MINAS.

**NORMA VENEZOLANA
PRODUCTOS DEL PETRÓLEO.
DETERMINACIÓN DEL AZUFRE.
MÉTODO DE ALTA TEMPERATURA**

**COVENIN
1133:1999
(1^{ra} Revisión)**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica tres procedimientos para la determinación de azufre total en productos del petróleo incluyendo aceites lubricantes que contengan aditivos y concentrados de aditivos.

Dos de los tres procedimientos utilizan detección de yodato; uno emplea un horno de inducción para pirólisis y el otro un horno de resistencia. El tercer procedimiento utiliza detección de radiación infrarroja (IR) después de la pirólisis en un horno de resistencia.

1.2 Este método es aplicable a muestras con un punto de ebullición por encima de 177°C y que contengan menos de 0,06% en peso de azufre. Se puede analizar coque de petróleo que contenga hasta 8% en peso de azufre

1.3 Este método de prueba ofrece un medio para el control del nivel de azufre de distintos productos y aditivos del petróleo. Esta información se puede utilizar para predecir el comportamiento, el manejo o las propiedades de procesamiento. En algunos casos la presencia de compuestos de azufre es beneficiosa para el producto y la medición continua de la concentración del azufre puede ofrecer información útil. En otros casos la presencia de compuestos de azufre va en deterioro del procesamiento o uso del producto.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma esta sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

COVENIN 870-82 Método para la determinación del contenido de azufre en productos del petróleo. Método de la lámpara.

COVENIN 950-90 Petróleo crudo y sus derivados. Muestreo manual.

COVENIN 3009-93 Especificaciones de agua para reactivo.

3 RESUMEN

3.1 Sistema de detección por yodato. Se quema la muestra en una corriente de oxígeno a una temperatura suficientemente alta como para convertir aproximadamente el 97% del azufre en dióxido de azufre. Se utiliza un factor de calibración para obtener resultados precisos. Los productos de la combustión pasan a un absorbedor que contiene una solución ácida de yoduro de potasio e indicador de almidón. En la solución absorbidora se desarrolla un color azul pálido con la adición de solución patrón de yodato de potasio. Conforme avanza la combustión, el color azul se va aclarando y se agrega más yodato para restituirlo. La cantidad de solución patrón de yodato consumido durante la combustión es una medida del contenido de azufre de la muestra.

3.2 Sistema de detección por radiación infrarroja (IR). Se pesa la muestra en un recipiente de cerámica especial que luego se coloca en un horno de combustión a 1371°C en una atmósfera de oxígeno. La mayor parte del azufre se convierte en SO₂ que luego se mide con un detector de radiación infrarroja, una vez que la humedad y el polvo se han removido mediante trampas. Un microprocesador calcula el porcentaje en peso de azufre a partir de la cantidad inicial de muestra, la señal integrada del detector y un factor de calibración predeterminado. El factor de calibración se determina utilizando patrones que se aproximen al material a ser analizado.

4 INTERFERENCIAS

Para los sistemas de yodato, las concentraciones de cloro de menos de 1% en peso no interfieren. El sistema de IR puede tolerar concentraciones un poco más altas. Cuando el nitrógeno está presente por encima de 0,1% en peso puede interferir con los sistemas de yodato; el grado de tal interferencia puede depender del tipo de compuesto de nitrógeno, así como de las condiciones de combustión. El nitrógeno no interfiere con el sistema de IR. Los metales alcalinos y alcalinotérreos, así como el cinc, el fósforo y el plomo, no interfieren con ninguno de los sistemas.

NOTA 1 Muestras con un contenido de agua superior al 5% en peso no deben ser analizadas por detección IR.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Pureza de los reactivos. En todas las pruebas se deben utilizar reactivos de grado analítico. Se pueden utilizar otros reactivos siempre que se determine primero que su pureza es lo suficientemente alta como para poder ser usados sin disminuir la exactitud de la determinación.

5.2 Pureza del agua. De no indicarse de otro modo, toda referencia a agua será entendida como agua reactiva promedio como se define en el tipo II o III de la Norma Venezolana COVENIN 3009.

5.3 Alúmina (Al_2O_3) u óxido de magnesio (MgO).

5.4 Perclorato de magnesio ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$).

NOTA 2 - Precaución: Además de otras precauciones, el perclorato de magnesio se debe manejar con cuidado. Se debe evitar que entre en contacto con ácido y materia orgánica. Las reacciones con combustibles pueden ser violentas.

5.5 Ácido clorhídrico (HCl) concentrado (d.r.1,19).

NOTA 3 - Advertencia. Veneno. Corrosivo. Puede ser letal si se ingiere. El líquido y los vapores causan quemaduras graves.

5.6 Ácido clorhídrico (3+197). Se diluyen 30 ml de ácido clorhídrico concentrado a 2 L con agua.

5.7 Oxígeno (extra seco). El oxígeno debe tener una pureza de por lo menos 99,5% y no debe haber azufre detectable en la determinación del blanco.

NOTA 4 - Advertencia. El oxígeno acelera vigorosamente la combustión.

5.8 Pentóxido de fósforo (P_2O_5).

5.9 Alumbre de potasio (Sulfato de potasio y aluminio) $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ como patrón.

5.10 Yodato de potasio (KIO_3). Secado a 180°C hasta peso constante.

5.11 Solución patrón de yodato de potasio (0,06238 M, 1 ml = 1mg S). Se disuelven en agua 2,225 g de yodato de potasio y se diluye a 1L. Se mezcla bien la solución.

5.12 Solución patrón de yodato de potasio (0,006238 M, 1mL = 0,1 mg S). Se miden exactamente 100 ml de la solución preparada en 5.11 y se diluyen con agua en un balón volumétrico de 1L. Se mezcla bien la solución.

5.13 Solución patrón de yodato de potasio 0,01248 M, 1mL = 0,2 mg S. Se miden exactamente 200 ml de la solución preparada en 5.11 y se diluyen con agua en un balón volumétrico de 1L. Se mezcla bien la solución.

5.14 Ascarita, de malla 8 a 20.

5.15 Catalizador, para la combustión en hornos de tipo inducción:

- Estaño, en virutas malla 20 a 30
- Hierro, en forma de virutas o en polvo. Con un contenido de azufre no mayor de 0,005% en peso.

5.16 Yoduro de potasio (KI).

5.17 Almidón soluble.

5.18 Solución de almidón - yoduro. Se hace una pasta agregando 9 g de almidón soluble a 15 ml de agua. Se agrega esta mezcla, removiendo, a 500 ml de agua en ebullición. Se enfria la mezcla. Se agregan 15 g de yoduro de potasio y se diluye a 1 L con agua.

5.19 Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado (d.r. 1,84)

NOTA 5 - Advertencia. Venenoso. Corrosivo. Altamente oxidante.

5.20 Pentóxido de vanadio, (V_2O_5) anhidro, pulverizado.

5.21 Material de vidrio

5.22 Tamiz de malla 60 (200 mm)

6 APARATOS

6.1 Sistema de combustión y detección con yodato.

6.1.1 Hornos. Hay dos tipos principales, la diferencia primaria es la forma en que se obtienen las temperaturas altas. Estos dos tipos son los siguientes:

a) **Tipo inducción**, utiliza un modo de calentamiento basado en la inducción eléctrica de alta frecuencia. Este ensamblaje debe alcanzar una temperatura de por lo menos $1482^{\circ}C$ en la zona de combustión de la muestra, bajo las condiciones establecidas en 7.2 y debe estar equipado con un serpentín adicional de inducción ubicado por encima de la zona de combustión, como se muestra en la figura 1. El serpentín de trabajo del horno debe tener una potencia de salida mínima de 500 W, la capacidad nominal mínima de entrada del horno debe ser de 1000 W. Con la cantidad correcta del catalizador (véase 5.15), pesado a $\pm 0,05$ g, la corriente anódica máxima estará entre 350 mA y 450 mA.

NOTA 6 - Advertencia. Este tipo de horno puede producir quemaduras de alta frecuencia y choques de alto voltaje. Además de otras precauciones indicadas por el fabricante se deben mantener apropiadamente todos los protectores del equipo. Precaución. El horno se debe desconectar cuando se hacen reparaciones eléctricas o ajustes.

b) **Tipo de resistencia**, capaz de mantener una temperatura de por lo menos $1371^{\circ}C$.

6.1.2 Absorbedor, como se describe en la Norma Venezolana COVENIN 1133.

6.1.3 Buretas, de capacidad 25 ml o los tipos disponibles en los diseños de unidades específicas de combustión (véase nota 7).

NOTA 7 - Con cualquiera de los tipos de horno también se puede utilizar un valorador automático, especialmente diseñado para yodometría. Este combina las funciones de absorción y valoración a un punto final predeterminado.

6.2 Sistema de combustión y detección IR. Constituido por una balanza automática, controles de flujo de oxígeno, tubos de secado, horno de combustión, detector de radiación infrarroja y microprocesador. El horno debe tener capacidad para mantener una temperatura nominal de operación de $1350^{\circ}C$.

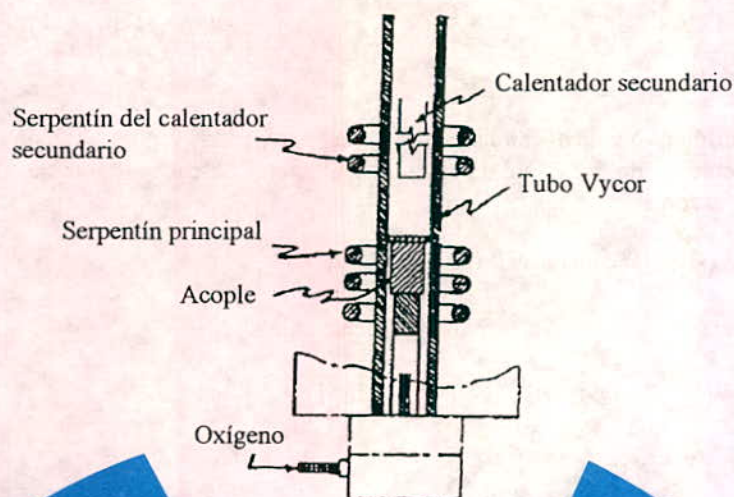


Figura 1 - Tubo de Combustión

6.3 Accesorios. Algunos ensamblajes de combustión específicos, requieren equipos adicionales como crisoles, recipientes de combustión, tapas de crisoles, pinzas para recipientes de combustión, discos separadores, tubos de combustión, introductores de muestras, indicadores de flujo de oxígeno y línea de secado de oxígeno. Los equipos adicionales requeridos dependen del tipo de horno utilizado y se pueden adquirir con el fabricante de la unidad de combustión específica. Para obtener la concentración menor de azufre dada en 1, las cerámicas usadas con el horno de inducción se deben quemar en un horno de mufla a 1371°C durante por lo menos 4 h antes de su uso.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Muestreo

La muestra debe ser tomada de acuerdo a las instrucciones descritas en el método D 4057.

7.2 Preparación del aparato

7.2.1 Horno tipo inducción-detección por yodato. Se ensambla el aparato siguiendo las instrucciones suministradas por el fabricante. se purifica el oxígeno pasándolo a través de: (1) ácido sulfúrico, (2) ascarita y (3) perclorato de magnesio o pentóxido de fósforo (**Precaución.** Véase nota 2).

Se coloca un rotámetro entre la línea de purificación y el horno. Se introduce un pequeño tapón de lana de vidrio en el extremo superior del tubo de gas que conecta el horno con el absorbedor para atrapar las partículas. Se conecta, con tubería de vidrio, el extremo de salida del tubo de combustión con el absorbedor usando tuberías de caucho para hacer conexiones. Se coloca el absorbedor de manera que su línea de suministro sea lo más corta posible. La figura 2 ilustra esquemáticamente el aparato ensamblado. Se regula el flujo de oxígeno a $(1 \pm 0,05)$ L/min. Se agregan al absorbedor 65 ml de HCl (3 + 197) y 2 ml de solución de almidón - yoduro. Se agrega suficiente cantidad de solución patrón de yodato de potasio (véase tabla 1) para producir un color azul pálido. Este color servirá como punto final de la valoración. Se regula la bureta en cero. Se activa el filamento del horno por lo menos 1 min antes de comenzar el análisis de las muestras. (**Precaución.** Véase nota 2).

7.2.2 Horno tipo resistencia-detección por yodato. Se ensambla el aparato siguiendo las instrucciones suministradas por el fabricante. Se purifica el oxígeno pasándolo a través de: (1) ácido sulfúrico (2) Ascarita y (3) perclorato de magnesio o pentóxido de fósforo (precaución véase nota 2). Se coloca un rotámetro entre la línea de purificación y el horno. La figura 3 ilustra esquemáticamente el aparato ensamblado. Se activa la corriente y se regula el control del horno para mantener una temperatura constante de $(1316 \pm 14)^{\circ}\text{C}$. Se regula el flujo de oxígeno a $(2 \pm 0,1)$ L/min. Se agregan al absorbedor 65 ml de HCl (3 + 197), 2 ml de solución de almidón - yoduro. Se agregan unas gotas de solución patrón de yodato de potasio (véase tabla 2) para producir un color azul pálido. Este color servirá como punto final de la valoración. Se regula la bureta en cero.

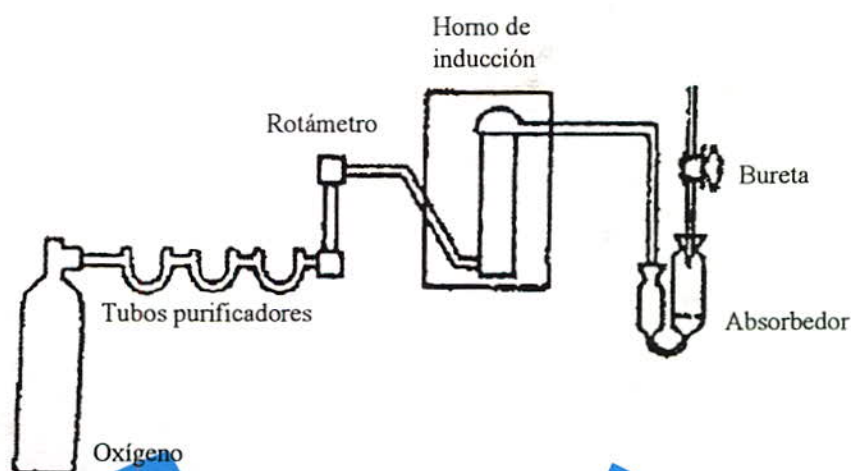


Figura 2 - Ilustración esquemática de un Horno Tipo Inducción

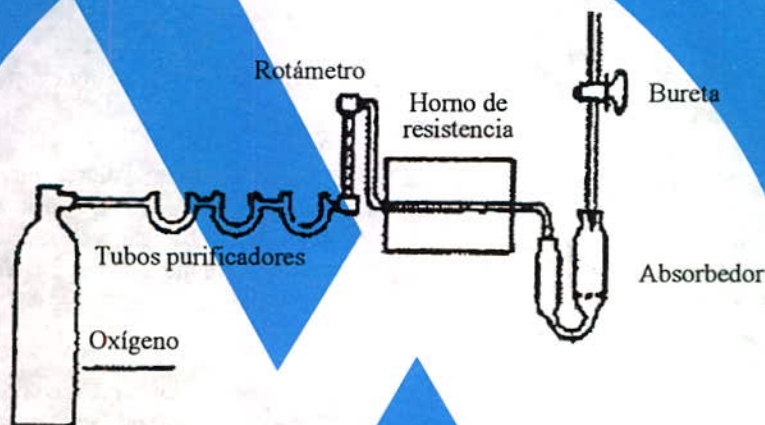


Figura 3 - Ilustración esquemática de un Horno Tipo Resistencia

7.2.3 Horno tipo resistencia-detección IR. Se ensambla y regula el aparato conforme a las instrucciones del fabricante. Se inicializa el microprocesador, se revisan los accesorios eléctricos, se regulan la presión, y el flujo de oxígeno y la temperatura del horno en 1371°C.

7.2.3.1 Se acondiciona un depurador de perclorato de magnesio (anhidrona) nuevo con cuatro muestras patrones de carbón.

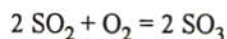
7.2.3.2 Se calibra la balanza automática siguiendo las instrucciones del fabricante.

7.3 Calibración

7.3.1 Métodos con detección por yodato:

7.3.1.1 Determinación del factor de alumbre:

a) Debido que los métodos de combustión rápida implican la reacción reversible



no es posible que todo el azufre se desprenda como SO_2 . El equilibrio de la reacción depende de la temperatura, y en una atmosfera de oxígeno por encima de 1316°C, aproximadamente el 97% del azufre está presente como SO_2 . Para asegurar de que el horno tiene la regulación adecuada y que su operación produzca una temperatura aceptablemente alta, se emplea alumbre de potasio para calibrar el aparato. Dependiendo del tipo del horno de combustión utilizado, se procede como se indica en 7.2 a 7.3.2, para determinar el factor alumbre. Para esta determinación se utilizan

15 mg $\pm$ 0,1 mg de alumbre de potasio. En la determinación de los factores de alumbre y calibración se usan los mismos materiales que en el caso de muestras desconocidas. Por ejemplo, V_2O_5 tiene un efecto definido y se debe incluir si se usa para muestras desconocidas, como se recomienda en el procedimiento del horno tipo resistencia (véase nota 13)

b) El factor de alumbre se calcula de la manera siguiente:

$$F_A = \frac{(S_A \times P_A)}{100 (V_a - V_b) \times C_1}$$

donde:

F_A factor de alumbre;

S_A porcentaje en peso de azufre en el alumbre de potasio usado;

P_A peso de alumbre de potasio usado, en miligramos;

V_a volumen de solución patrón de yodato de potasio usado para determinar el factor de alumbre, en mililitros;

V_b volumen de solución patrón de yodato de potasio usado para la determinación del blanco, en mililitros;

C_1 equivalente en azufre de la solución patrón de yodato de potasio usado para determinar el factor de alumbre, en miligramos por mililitros.

c) El factor de alumbre debe estar entre 1,02 y 1,08. Si se observan valores menores de 1,02, se confirma, independientemente, el contenido de azufre del alumbre y el equivalente de azufre en la solución patrón de yodato de potasio antes de repetir la determinación del factor de alumbre. Si se observan valores mayores de 1,08, se hacen los ajustes del equipo de acuerdo con la recomendación del fabricante y se repite la determinación del factor de alumbre.

7.3.1.2 Determinación del factor de calibración:

a) Debido a que efectos tales como la volatilidad de la mezcla pueden incidir también en la recuperación relativa como SO_2 del azufre originalmente presente en la muestra, es necesario determinar un factor de calibración. Se procede como se describe en 7.2 a 7.3.2 utilizando una muestra similar a la desconocida y de un contenido de azufre conocido con precisión.

NOTA 8: Material de referencia de combustible residual se puede obtener del NIST u otras fuentes.

b) Para la detección de IR, se determina y carga el microprocesador con el factor de calibración del tipo en particular de muestra a ser analizada (aceite lubricante, coque de petróleo, combustible residual), como sea recomendado por el fabricante.

c) El factor de calibración se calcula de la manera siguiente:

$$F_c = \frac{S_c \times P_c}{100 (V_c - V_b) \times C_2}$$

donde:

F_c factor de calibración;

S_c porcentaje en peso de azufre en la muestra de calibración usada;

P_c peso de la muestra de calibración usada, en miligramos;

V_c volumen de solución patrón de yodato de potasio usado para determinar el factor de calibración, en mililitros;

V_b volumen de la solución patrón de yodato de potasio usado para la determinación del blanco, en mililitros;

C₂ equivalente en azufre de la solución patrón de yodato de potasio usada para determinar el factor de calibración, en miligramos por mililitros.

7.3.1.3 Control de calidad: Se analiza varias veces al día una muestra de referencia de calidad analítica. Cuando el valor determinado está dentro de límites aceptables en un gráfico de control, se procede con las determinaciones de las muestras.

7.4 Técnicas de ensayo

Se toma la muestra de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 950 (véase nota 8).

Preparación del coque: Para muestras de coque, se parte de la premisa que se ha recibido una muestra representativa para el análisis, la misma debe ser molida y pasada por un tamiz de malla 60 (250 mm). Seguidamente se seca el material tamizado entre 105°C y 110°C, hasta alcanzar un peso constante.

7.4.1 Procedimiento con horno tipo inducción - detección por yodato.

7.4.1.1 Preparación de la muestra. Se agrega una capa de 3,2 mm a 4,8 mm de alúmina u óxido de magnesio a un crisol de muestra. Con el extremo de una varilla de agitación se hace una depresión en el lecho. Se pesa el crisol con aproximación a 0,1 mg. Se agrega en la depresión la cantidad apropiada de muestra y se pesa de acuerdo con la tabla 1 (véase notas 9 y 10). Se cubre la muestra con disco separador (véase nota 11) o con otra capa de alúmina u óxido de magnesio. Se coloca la cantidad predeterminada de catalizador de hierro necesaria para obtener la temperatura requerida (véase 6.1.1.a). Generalmente está entre 1,2 g y 2,0 g, pero se debe mantener constante dentro de un margen de $\pm 0,05$ g. Se agrega aproximadamente 0,1 g de estaño en el hierro. Se cubre el crisol con una tapa y se coloca en el pedestal del horno.

NOTA 9 - Bajo ninguna condición se puede quemar una muestra mayor de 100 mg en un horno tipo inducción.

NOTA 10 - Soluciones más concentradas de yodato de potasio, como la solución 0,06238 N pueden ser más convenientes para muestras que contengan más de 10% de azufre. El tamaño de la muestra y la concentración de yodato de potasio deben seleccionarse de manera que no se necesiten más de 25 ml del valorador.

NOTA 11 - El uso del disco separador es opcional.

7.4.1.2 Combustión y valoración. Se activa el interruptor de corriente de placa. Después de 1 min de calentamiento, se sube el pedestal y se fija en su posición. La corriente de placa fluctuará durante algunos segundos y gradualmente deberá aumentar a un valor máximo. Se agrega la solución patrón de yodato de potasio (véase tabla 1) al absorbedor para mantener el color azul. Si la solución absorbidora se hiciera totalmente incolora, se desecha la determinación. Se hacen las adiciones de yodato de potasio a medida que la velocidad de desprendimiento de SO₂ disminuye, de manera que cuando se completa la combustión, la intensidad del color azul es la misma que la inicial. La combustión es completa cuando este color permanece durante por lo menos 1 min y la corriente de placa ha disminuido considerablemente. Se anota el volumen de solución patrón de yodato de potasio requerido para valorar el SO₂ que se ha desprendido.

7.4.1.3 Determinación del blanco. Cuando se vayan a utilizar crisoles, materiales o reactivos nuevos, se debe hacer una determinación de blanco. Se sigue el procedimiento anterior pero omitiendo la muestra.

7.4.2 Procedimiento con horno tipo resistencia - detección por yodato.

7.4.2.1 Preparación de la muestra. Se pesa en un recipiente de combustión una cantidad adecuada de muestra, conforme a la tabla 2. Se agregan (100 $\pm$ 5) mg de pentóxido de vanadio y se cubre la mezcla completamente con alúmina.

7.4.2.2 Combustión y valoración. Se coloca el recipiente en la parte fría del tubo de combustión, cerca de la entrada. Para proceder con la combustión, se empuja progresivamente el recipiente que contiene la muestra hacia la zona más caliente del tubo de combustión usando el accesorio suministrado por los fabricantes. El recipiente debe avanzar lo más rápidamente posible de acuerdo a la velocidad de desprendimiento de SO₂. Se agrega la solución patrón de yodato de potasio (véase tabla 2) al absorbedor para mantener el color azul. Si la solución absorbidora se volviera completamente incolora, se desecha la determinación. Se hacen adiciones de yodato de potasio a medida que disminuya la tasa de desprendimiento de SO₂, de manera que cuando se completa la combustión, la intensidad del color azul sea la misma

que la inicial. La combustión es completa cuando el color permanece durante por lo menos 1 min. Se anota el volumen de solución patrón de yodato de potasio requerido para valorar el SO_2 que se ha desprendido.

7.4.2.3 Determinación del blanco. La determinación del blanco se hace siempre que se vayan a utilizar recipientes de combustión, materiales o reactivos nuevos. Se sigue el procedimiento anterior pero omitiendo la muestra.

7.4.3 Procedimiento con horno tipo resistencia - detección IR.

7.4.3.1 Se deja calentar el sistema y que el horno llegue a la temperatura de operación.

7.4.3.2 Después que se tiene seguridad de la homogeneidad de la muestra, se selecciona su tamaño de la manera siguiente: para muestras líquidas, se toman hasta 0,13 g y para muestras sólidas, se toman hasta 0,4 g. Debe considerarse que en determinados equipos se ha de mantener una relación de peso de muestra por porcentaje de azufre tal que no sobrepase la cantidad establecida en el manual de operación de equipo.

Para instrumentos SC32 el % masa de azufre multiplicado por el peso de muestra debe ser menor o igual a 4, y 2 para el instrumento SC132.

7.4.3.3 Se determina el valor del blanco del sistema.

7.4.3.4 Se pesan las muestras en recipientes de combustión y se anotan sus pesos netos. Es posible pesar y almacenar varios pesos en el microprocesador antes de comenzar una serie de combustiones.

a) Se llena el recipiente de combustión a un tercio de su capacidad con óxido de magnesio en polvo, distribuido uniformemente.

b) Con una cuchara se forma una ligera zanja en el óxido de magnesio.

c) Se coloca el recipiente de combustión en la balanza y se pesa una cantidad apropiada de la muestra en la zanja del óxido de magnesio. Se anota el peso.

d) Se retira el recipiente de combustión de la balanza y se agrega óxido de magnesio hasta que el recipiente de combustión esté lleno a dos tercios de su capacidad.

NOTA 12 - Si se encuentra una repetibilidad inaceptable en muestras de petróleo en particular, se puede sustituir el MgO con el promotor de combustión tal como V_2O_5 o el producto con Aid de LECO..

NOTA 13 - Advertencia. El V_2O_5 puede producir un deterioro de la cerámica del horno y por lo tanto usarse con cuidado.

7.4.3.5 Se inicia el flujo de oxígeno y se introduce el recipiente en el horno.

7.4.3.6 Cuando el análisis está completo, los resultados se leen en el microprocesador.

7.4.3.7 Se saca del horno el recipiente de combustión usado.

7.4.3.8 Se hacen determinaciones hasta que dos resultados difieran por debajo de la repetibilidad del método.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 Cálculo método de detección por yodato. El contenido de azufre en la muestra se calcula de la manera siguiente:

$$\text{Azufre, \% en peso} = \frac{100 (V - V_b) \times F_c \times C}{P}$$

donde:

V volumen de la solución patrón de yodato de potasio usada en el análisis de la muestra, en mililitros;

V_b volumen de la solución patrón de yodato de potasio usada en la determinación del blanco, en mililitros;

F_c factor de calibración (véase 7.2.1.2)

C equivalente en azufre de la solución patrón de yodato de potasio usada para el análisis de la muestra, en miligramos por mililitro;

P peso de muestra usado en el análisis, en miligramos.

8.2 Cálculo método de detección IR. Los resultados se reportan usando el microprocesador. Se reporta el promedio de dos resultados.

8.3 Precisión

8.3.1 Para productos del petróleo con los métodos de detección por yodato e IR. La precisión de este método de prueba determinada por el examen estadístico de resultados inter-laboratorios es la siguiente:

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

Intervalo, % peso S	Yodato	IR
0,0 a 0,5	0,05	0,04
0,5 a 1,0	0,07	0,07
1,0 a 2,0	0,10	0,09
2,0 a 3,0	0,16	0,12
3,0 a 4,0	0,22	0,13
4,0 a 5,0	0,24	0,16

b) **Reproducibilidad.** La diferencia entre dos resultados aislados e independientes, obtenidos por diferentes operadores, trabajando en diferentes laboratorios, con material de prueba idéntico y con la aplicación correcta del método excederá los siguientes valores sólo en un caso de cada veinte.

Intervalo, % peso S	Yodato	IR
0,0 a 0,5	0,08	0,13
0,5 a 1,0	0,11	0,21
1,0 a 2,0	0,17	0,27
2,0 a 3,0	0,26	0,38
3,0 a 4,0	0,40	0,44
4,0 a 5,0	0,54	0,49

8.3.2 Para coques de petróleo con los métodos de detección por yodato e IR. La precisión de este método de prueba determinada por el examen estadístico de resultados inter - laboratorios es la siguiente:

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

$$r = 0,05 X$$

donde X es el promedio de los dos resultados de la prueba.

b) **Reproducibilidad.** La diferencia entre dos resultados aislados e independientes, obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios con material de prueba idéntico, y con la aplicación correcta del método, excederá los siguientes valores sólo en un caso de cada veinte.

$$R = 0,22 X$$

donde X es el promedio de los dos resultados de la prueba.

9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- a. Fecha de realización del ensayo.
- b. Identificación del analista
- c. Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 1133.
- d. Identificación de la muestra.
- e. Resultados parciales y/o finales:

En el intervalo de 0,05% a 5,00% en peso de azufre, se reporta con aproximación a 0,01% en peso. En el intervalo de 5% a 30% en peso de azufre, se reporta con aproximación a 0,1% en peso.

10 TIEMPO DE ANÁLISIS

- a. El tiempo requerido para la realización de un ensayo es 0,75 h.
- b. Las horas - hombre requerida para la realización de un ensayo son 0,75.

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 1552-95. Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products (High - Temperature Method) Annual Book of ASTM Standards. Vol. 05.01, 1998.

Participaron en la elaboración de esta norma: Ceballo, Carmen; Moreno, Teresita; Rodríguez, Guillermo; Rodríguez, Isidoro; Silva, Pedro Vicente, Vásquez, Yubirí.

Tabla 1 - Peso de muestra para el horno de inducción

Contenido de S, %	Peso de la muestra a ser tomada, mg	Normalidad de la solución KIO ₃ para valoración
0 a 2	90*	0,006238
2 a 4	50 a 90	0,006238
4 a 10	50 a 90	0,01248
más de 10	Véase nota 9	Véase nota 10

* Aproximado

Tabla 2 - Peso de muestra para el horno de resistencia

Contenido de S, %	Peso de la muestra a ser tomada, mg	Normalidad de la solución KIO ₃ para valoración
0 a 2	100 - 200	0,006238
2 a 5	100 - 200	0,01248
5 a 10	100 - 200	0,06238
más de 10	Véase nota 10	Véase nota 10

COVENIN
1133:1999

CATEGORÍA
C

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12

CARACAS

publicación de:



I.C.S: 75.080

ISBN: 980-06-2272-1

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Azufre, producto petrolífero, lubricante.