

**NORMA  
VENEZOLANA**

---

**COVENIN  
2764-91**

**GASES DE REFINERÍA.  
MEZCLAS DE GAS DE  
REGENERACIÓN.  
DETERMINACIÓN DE DIOXIDO  
DE AZUFRE Y SULFURO DE  
HIDROGENO.**



PDVSA



TRAMITE

COMITE TECNICO CT4: PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS  
PRESIDENTE: JESUS GONZALEZ ESCOBAR  
VICEPRESIDENTE: GILBERTO ARAUJO  
SECRETARIA: MARIELA VILORIA  
SUBCOMITE TECNICO CT4/SC6: METODOS DE ENSAYO  
COORDINADORA: MARIELA VILORIA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

CORPOVEN, S.A.

INTEVEP, S.A.

LAGOVEN, S.A.

MARAVEN, S.A.

MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS

REPRESENTANTE

MERCEDES MARIÑAN  
FERNANDO MANZO  
JULIO SERRA

YASMINA MUJICA  
MARIA DE GUERRERO  
NELSON CARVAJAL

BELKIS LOPEZ  
ALEJANDRO GUERRA  
JOSE LUIS BRAÑA

FRANCISCO PEÑA  
GUSTAVO JIMENEZ  
RITA MEDINA

JESUS GONZALEZ E.

ENVIO A DISCUSION PUBLICA

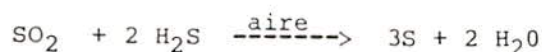
FECHA: 02-06-88  
DURACION: 45 DIAS  
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 11-01-91  
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 13-03-91

NORMA VENEZOLANA  
GASES DE REFINERIA  
MEZCLAS DE GAS DE REGENERACION  
DETERMINACION DE DIOXIDO DE AZUFRE  
Y SULFURO DE HIDROGENO

COVENIN  
2764-91

INTRODUCCION

Este método se utiliza para determinar la relación dióxido de azufre ( $\text{SO}_2$ ) y sulfuro de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{S}$ ) en el gas de regeneración. Estos gases reaccionan de acuerdo a la siguiente ecuación:



De esta ecuación se concluye que la recuperación cuantitativa de ambos gases como azufre requiere que la concentración de  $\text{H}_2\text{S}$  sea siempre dos veces la concentración de  $\text{SO}_2$ , es decir,  $(\text{H}_2\text{S}) = 2 (\text{SO}_2)$

Una relación mayor de 2:1 implica que la entrada de aire a la planta es deficiente, por lo que debe aumentarse; y una relación menor de 2:1 indica que la entrada de aire es mayor a la adecuada y debe reducirse. Estos ajustes se basan en la relación entre el oxígeno del aire y el  $\text{H}_2\text{S}$  de acuerdo a la siguiente ecuación:



1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 2444-87    Soluciones patrón para análisis químico, Método de preparación, normalización, envasado y conservación.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

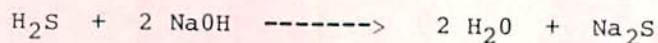
Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo para la determinación de sulfuro de hidrógeno y dióxido de azufre en mezclas de gas de regeneración en concentraciones entre 0,01% y 100% de ambos componentes. Puede utilizarse para otras corrientes de gases de procesos libres de materiales oxidables por el yodo.

**PRECAUCION:** Para determinaciones de sulfuro de hidrógeno mayores de 0,06% se recomienda utilizar el equipo de protección respiratoria.

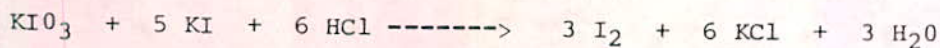
3 RESUMEN DEL METODO

La muestra se capta en un cilindro de vidrio. El contenido del cilindro se hace pasar por una solución de hidróxido de sodio al 10%. El sulfuro de hidrógeno y el dióxido de azufre quedan absorbidos en el hidróxido de sodio de

acuerdo a las siguientes ecuaciones:



Se titula una alícuota de esta solución con yodato de potasio, en presencia de yoduro de potasio en medio ácido lo que genera iodo, el cual reacciona con el sulfuro de sodio y con sulfito ácido de sodio, de acuerdo a las ecuaciones siguientes:



Otra alícuota se trata con formaldehído el cual acompleja el sulfito ácido de sodio, impidiéndole que reaccione con el yodo. La titulación yodométrica de esta alícuota determina sólo el sulfuro de sodio.

#### 4 EQUIPOS

- 4.1 CILINDRO DE VIDRIO, de 250 mL con válvulas de paso en cada extremo.
- 4.2 BOTELLA LAVADORA DE GASES, de 250 mL
- 4.3 BURETA, de 25 mL
- 4.4 MATRACES ERLLENMEYER, de 250 mL

#### 5 REACTIVOS

- 5.1 AGUA DESTILADA O DESIONIZADA, para preparar las soluciones.
- 5.2 SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO, al 10%. Se disuelven 50 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 500 mL de agua desionizada.
- 5.3 SOLUCION DE YODATO DE POTASIO ( $\text{KIO}_3$ ) (0,01 N). Se disuelven 0,36 g de yodato de potasio en agua y se diluye a un litro. Se deja reposar la solución durante 24 horas y se mezcla bien. Se normaliza con tiosulfato de sodio (0,01 N) (ver Norma Venezolana COVENIN 2444).
- 5.4 SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO, (0,01 N) Ver Norma Venezolana COVENIN 2444.
- 5.5 SOLUCION DE ALMIDON Y YODURO DE POTASIO. Se prepara una pasta añadiendo 9 gramos de almidón soluble en 15 mL de agua. Se añade esta mezcla, con agitación, a 500 mL de agua en ebullición. Se enfría la mezcla, se añaden 15 g de yoduro de potasio y se diluye a un litro con agua.

5.5 FORMALDEHIDO, grado analítico.

5.6 ACIDO CLORHIDRICO. (HCl), concentrado (g. e. 1,19)

## 6 MUESTREO

Se conecta un cilindro de vidrio al punto de muestreo utilizando una tubería plástica resistente al calor, tan corta como sea posible. Se abren las válvulas del cilindro, se abre la salida de gases del punto de muestreo y se deja drenar durante 5 min. Se cierra la salida de los gases del punto de muestreo, se cierran las válvulas del cilindro de vidrio y se desconecta éste a la tubería. Se recomienda colocar un controlador de presión.

## 7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se vierten 100 mL de la solución de hidróxido de sodio al 10% en una botella lavadora de gases. Se coloca el cilindro de vidrio en posición vertical y se conecta a la botella con una tubería de tígón lo más corta posible (ver figura 1).

7.2 Se abre la válvula que conecta el cilindro a la botella. Parte de la solución será absorbida por el cilindro. Se arrastra el contenido del cilindro con un pequeño flujo de aire. Se esperan 15 min, se enjuaga varias veces el interior del cilindro con agua destilada, recogiendo el agua en la botella lavadora de gases. Se vierte la solución en un balón aforado de 200 mL y se afora con agua destilada.

7.3 En dos erlenmeyer de 250 mL, se vierten 7 mL de ácido clorhídrico concentrado, 5 mL de solución de almidón-yoduro de potasio y una alicuota de 50 mL de la solución de hidróxido de sodio sobre la cual se absorbió la muestra. Uno de los erlenmeyer se titula con la solución de yodato de potasio 0,01 N y se registra este volumen como  $V_1$ .

7.4 Al otro erlenmeyer se le agregan 3 mL de formaldehído para acomplejar el dióxido de azufre, se agita y se titula con la solución de yodato de potasio 0,01 N. Se registra este volumen como  $V_2$ .

## 8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de sulfuro de hidrógeno, expresado en % volumen, en la muestra se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Sulfuro de hidrógeno, (\% Vol)} = \frac{22,4 \times (273 + T) \times 100 V_2 \times N}{2 \times 273 \times V}$$

$V_2$  = Volumen de yodato de potasio usado en la segunda titulación, mL

N = Normalidad del yodato de potasio

T = Temperatura ambiente, °C

V = Volumen de muestra de gas, mL.

NOTA 1: Las correcciones de presión barométricas son demasiado pequeñas como para ser significativas.

8.2 El contenido de sulfuro de hidrógeno, expresado en % volumen, se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Dióxido de azufre, (\% Vol)} = \frac{22,4 \times (273+T)}{2 \times 273 \times V} \times 100 (V_1 - V_2) \times N$$

$V_1$  = volumen de yodato de potasio usado en la primera titulación, mL

$V_2$  = volumen de yodato de potasio usado en la segunda titulación, mL

$N$  = normalidad del yodato de potasio

$T$  = temperatura ambiente, °C.

$V$  = volumen de la muestra de gas, mL.

## 9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 9.1 Fecha del análisis
- 9.2 Nombre del analista
- 9.3 Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 2764
- 9.4 Identificación de la muestra
- 9.5 Resultados parciales y/o finales

## 10 TIEMPO DE ANALISIS

- 10.1 El tiempo requerido para la realización de un análisis es 2 h.
- 10.2 Las horas hombre requeridas para realizar un análisis son 2.

## BIBLIOGRAFIA

Mobil method 602-75 Hydrogen sulfide and sulfur dioxide in process gas streams.

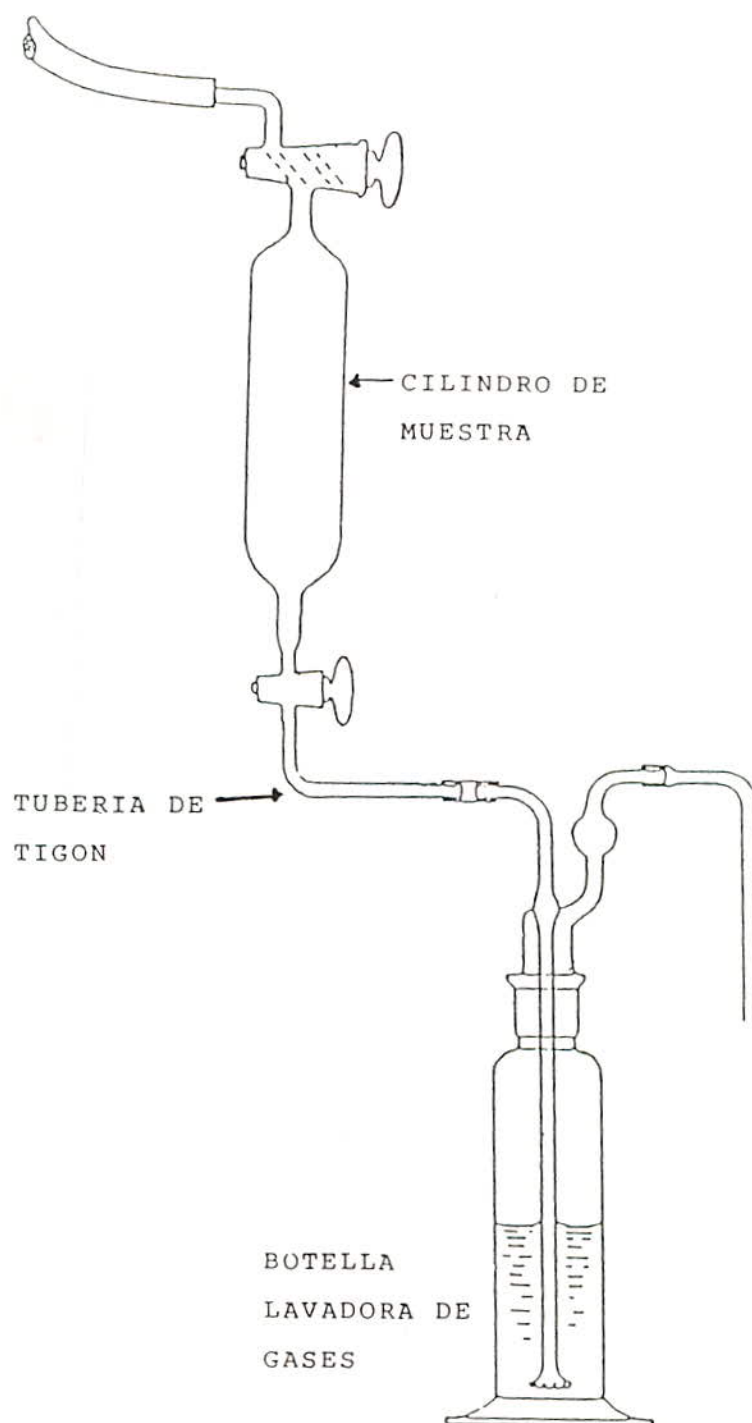


FIG. 1. ABSORBEDOR DE GASES.

**COVENIN**  
**2764-91**

**CATEGORIA**  
**B**

---

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES**  
**MINISTERIO DE FOMENTO**

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

**Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12**  
**CARACAS**

publicación de:



CDU: 543.27:661-719:549.3

ISBN: 980-06-0715-3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

---