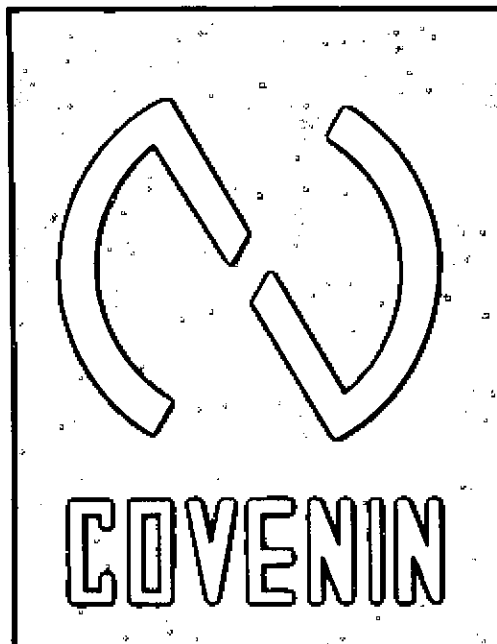
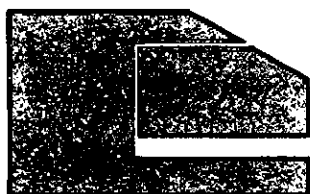


MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES

METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR
EL CONTENIDO DE 26DI-ISO BUTIL PARA
CRESOL EN ACEITES MINERALES AISLANTES



CODELECTRA

CDU
621.315.61.553.98

COVENIN
1406-79

METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE
2,6 DI-ISO-BUTIL PARA CRESOL EN ACEITES
MINERALES AISLANTES

Elaborado por:

COMITE DE ELECTRICIDAD
(CODELECTRA)

TRAMITE:

COMITE: CT11 ELECTRICIDAD Y ELECTRONICA

PRESIDENTE: Ing° Alberto Gómez

SECRETARIO: Ing° Lelys Médicci

SUB-COMITE CT11/SC: ELECTROTECNIA

COORDINADOR: Ing° Lelys Médicci.

PARTICIPANTES

Grupo de Aceites Aislantes de CODELECTRA, compuesto por los profesionales siguientes:

<u>REPRESENTANTE</u>	<u>ENTIDAD O EMPRESA</u>
Juan Reyes	CADAFE
Jesús Cabello	PURAMIN
Antonio Silva	PURAMIN
Romer Ferrer	CAIVET
Alfredo Domingo Royo	INDUSTRIAS CELTA
Orlando Márquez	CODELECTRA

Discusión Pública: Fecha envío: 17/8/78

Duración : 45 días

Fecha Aprobación por el Comité: 2/2/79

Fecha Aprobación por COVENIN - : 12/6/79

METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE

2,6 DI-ISO-BUTIL PARA CRESOL EN ACEITES

MINERALES AISLANTES

I N D I C E

	Página
1 Alcance	1
2 Normas COVENIN a consultar	1
3 Resumen del Ensayo	1
4 Equipo de Ensayo	1
4.1 Aparatos	1
4.2 Reactivos	2
5 Material a ensayar	3
6 Procedimiento	3
6.1 Preparación de la muestra	3
6.2 Preparación de la curva de calibración	4
6.3 Curva de calibración	5
7 Expresión de los resultados	6
8 Errores de método	6
9 Informe	7
10 Relación con otras normas	7

NORMA VENEZOLANA
METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO
DE 2,6 DI-ISO BUTIL PARA-CRESOL EN ACEITES
MINERALES AISLANTES

INTRODUCCION

La determinación cuantitativa del 2,6 di-iso butil para cresol mide la cantidad de este material que ha sido añadido al aceite aislante eléctrico nuevo, como protección contra la oxidación o la cantidad remanente que se mantiene dentro de un aceite usado. Ciertos aceites nuevos pueden contener sustancias naturales no añadidas al aceite, las cuales producirán un resultado positivo en el ensayo, dentro de los límites detectables por este método.

1 ALCANCE

1.1 Esta norma contempla el método de ensayo para determinar el contenido de 2,6 di-iso butil para-cresol presente en aceites aislantes eléctricos, nuevos o usados.

Nota. En los aceites usados, los productos de degradación de los mismos y del inhibidor, interfieren en el desarrollo del color en esta prueba y generalmente causan resultados elevados. Este efecto puede disminuirse por tratamiento del aceite con un álcali y arcilla antes de realizar el ensayo.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

3.1 La muestra que contiene 2,6 di-iso butil para-cresol se disuelve en éter monobutil etileno glicol (butil Cellosolve). Una parte proporcional de la solución se hace reaccionar con ácido fosfomolibdico e hidróxido de amonio (amoníaco), para formar una solución azul transparente característica del complejo de molibdeno.

3.2 La intensidad del color azul es medida por medio de un fotómetro fotoeléctrico en aproximadamente 700 nm, y el porcentaje de 2,6 di-iso butil para-cresol se determina mediante una curva de calibración.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS.

4.1.1 Micro bureta.

De 5 ml con subdivisiones de 0,01 ml.

4.1.2 Fotómetro fotoeléctrico.

Adecuado para medidas en 700 nm.

Nota. Cualquier instrumento óptico diseñado para los requerimientos de **fotometría fotoeléctrica práctica y adecuado para las medidas en la longitud de onda especificada**, puede ser utilizado en este en sayo.

4.2 REACTIVOS.

4.2.1 Arcilla adsorbente.

Del tipo de tierra de Fuller y de aproximadamente 90 μ m.

4.2.2 Hidróxido de amonio (NH_4OH).

Hidróxido de amonio concentrado (0,90 de gravedad específica).

Nota. Salvo otra indicación los reactivos deben ser químicamente puros para permitir su uso sin perder la precisión de la determinación.

4.2.3 Agua pura.

El agua como reactivo, salvo otra indicación, se debe preparar por destilación, intercambio de iones, ósmosis invertida o electrodiálisis.

4.2.4 Butil para cresol.

Para propósitos de calibración se utiliza el mismo grado de 2,6 di-iso butil para cresol, que se usa en la muestra de aceite a ser analizada, o 2,6 di-iso butil para-cresol de pureza establecida.

4.2.5 Eter monobutil etileno glicol (butil Cellosolve).

4.2.6 Solución normalizada de butil para cresol. (1 ml = 1 mg de butil para cresol).

Disuelva 0,1 g de 2,6 di-iso butil para-cresol en éter monobutil etileno glicol y diluya hasta 100 ml con el solvente en frasco volumétrico.

Nota. Se prepara una solución normalizada de 2,6 di-iso butil para cresol en el momento requerido.

4.2.7 Eter de petróleo.

Eter de petróleo de bajo punto de ebullición.

Nota. Se puede utilizar satisfactoriamente un éter de petróleo cuyo punto de ebullición se encuentre entre 37°C y 43°C ó entre 35°C y 50°C. Un material de menor punto de ebullición causará problemas debido a la presurización del equipo durante la mezcla, así como la pérdida de éter de petróleo durante el tratamiento con arcilla.

Si se usa un material con mayor punto de ebullición, deberá tomarse la precaución de removerlo completamente a temperaturas suficientemente bajas para evitar la evaporación de cualquier cantidad del inhibidor.

4.2.8 Solución alcohólica de ácido fosfomolibdico (80 g/litro).

Disuelva 10 g de cristales de ácido fosfomolibdico en metanol absoluto y diluya hasta 125 ml.

Nota. La experiencia ha demostrado que las coladas del ácido fosfomolibdico pueden variar considerablemente en su solubilidad en metanol y en su sensibilidad al 2,6 di-iso butil para-cresol. Prepare la solución de ácido fosfomolibdico por lo menos 16 h antes de su uso y guárdese en una botella oscura. Filtre a través de un papel de filtro de porosidad fina antes del uso. La curva de calibración utilizada para una determinación debe ser preparada o verificada con la misma solución de ácido fosfomolibdico que es usada para el análisis de la muestra.

4.2.9 Solución alcohólica de hidróxido de potasio (350 g/litro).

Se disuelven 35 g de hidróxido de potasio (KOH) en 25 ml de agua y se diluye hasta 100 ml con metanol.

4.2.10 Acido sulfúrico (1 + 49).

Se prepara añadiendo lentamente y agitando 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , de gravedad específica 1,84) en 49 volúmenes de agua.

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material consiste en muestras de aceite aislante obtenidas con un aparato toma muestras adecuado para el tipo de líquido.

5.2 El aceite por analizar debe usarse tal como se recibe.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.

6.1.1 Se requiere un tratamiento cuidadoso del aceite usado para eliminar los productos de degradación del aceite y del inhibidor, o ambos, los cuales pueden interferir en el desarrollo del color.

6.1.2 Se diluyen 10 ml del aceite a ensayar con éter de petróleo hasta 50 ml y se coloca en un embudo separador en forma de pera de 125 ml. Se lava (precaución, ver nota) tres veces con solución alcohólica de KOH, utilizando 10 ml para cada lavada. Lave una vez con 20 ml de H_2SO_4 (1 + 49), y luego dos veces con 20 ml de agua.

Nota. Precaución. El uso del éter de petróleo de bajo punto de ebullición en un embudo separador es peligroso debido al incremento de presión. Esto se puede reducir utilizando el embudo separador, el éter de petróleo y el líquido del lavado que estén a bajas temperaturas.

6.1.3 Se vierte la solución de aceite desde la parte superior del embudo separador, filtrándolo a través de un papel de textura fina para quitar el residuo de agua. Se recoge la solución de aceite en un vaso de precipitado de 250 ml.

6.1.4 Se añade éter de petróleo hasta completar 50 ml. Se agregan 2,5 g de arcilla y se agita durante 15 minutos. Se filtran en un embudo Büchner con un ligero vacío.

6.1.5 Se vierte la solución de aceite en un vaso de precipitado de 250 ml y se evapora el éter de petróleo en un baño de vapor o en una mesa calentada por vapor.

6.1.6 Se dirige un ligero flujo de aire sobre la superficie de la solución o se utiliza un ligero vacío para facilitar la extracción del éter de petróleo sin utilizar temperaturas excesivas.

Nota. Precaución. La temperatura no debe exceder 105°C, lo cual es equivalente a 0,35 kg/cm² de presión de vapor en la mesa calentada por vapor.

6.2 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION.

6.2.1 Utilizando una bureta adecuada se vierten 0,25 - 0,50 - 1,00 - 1,50 y 2,00 ml de la solución patrón de butil para-cresol en sendos cilindros graduados de 100 ml de capacidad, con tapas de vidrio esmerilado.

6.2.2 Se añade a cada uno de esos cinco (5) cilindros suficiente cantidad de éter monobutil etileno glicol hasta completar un volumen total de 35 ml en cada uno de ellos.

6.2.3 Se vierten 35 ml de éter monobutil etileno glicol en otro cilindro que servirá de referencia. Luego se añade agua a cada uno de los

cilindros hasta completar un volumen total de 50 ml en cada uno de ellos.

6.2.4 Se utiliza un baño de agua fría para bajar la temperatura de la solución y reactivos en los cilindros a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ y se mantiene esta temperatura hasta que la muestra sea transferida a la celda del fotómetro.

6.2.5 Utilizando una pipeta adecuada se añaden 5 ml de solución de ácido fosfomolibdico a cada uno de los cilindros e inmediatamente agítelos por veinte segundos. Finalmente se añade en cada cilindro 5 ml de hidróxido de amonio (NH_4OH) y se agita nuevamente por veinte segundos, tal como se indica a continuación.

6.2.6 Exactamente después de diez minutos de haber añadido el hidróxido de amonio (NH_4OH) al cilindro que contiene la solución de referencia, se transfiere dicha solución a la celda del fotómetro, se coloca en su sitio en el aparato y se ajusta a cero la escala de dicho instrumento.

6.2.7 Se obtienen las lecturas de las intensidades del color de cada una de las soluciones patrón en la misma forma utilizada para la solución de referencia, es decir, exactamente después de diez minutos de haber agregado el hidróxido de amonio (NH_4OH) a cada una.

6.3 CURVA DE CALIBRACION.

6.3.1 Se traza en un papel milimetrado la curva de calibración utilizando la intensidad del color (lecturas del fotómetro) en uno de los ejes y la concentración de 2,6 di-iso butil para-cresol en el otro eje. Se verifica la curva de calibración cada vez que se crea conveniente, siguiendo el procedimiento descrito anteriormente. La nueva curva obtenida debe ser razonablemente similar a la original.

6.3.2 Se pesan $0,8 \pm 0,2$ gramos de muestra (véase nota) en un frasco volumétrico de 100 ml de capacidad. Se diluye la muestra a 100 ml con éter monobutil etileno glicol. Se transfieren 35 ml de esta solución a un cilindro graduado de 100 ml con tapa esmerilada. Se diluye con agua el contenido del cilindro graduado hasta 50 ml. Agite vigorosamente por veinte segundos.

Nota. Si la muestra contiene menos de 0,1% de 2,6 di-iso butil para-cresol se usa un mayor volumen de muestra para lograr una mayor intensidad de color. En todo caso la cantidad de muestra no debe exceder a 2,0 gramos.
Una muestra mayor de 2,0 gramos contribuiría a disminuir la intensidad del color debido a la formación de un precipitado gris, como resultado de un exceso de reactivo.

Precaución. Si se forma un precipitado gris, el reactivo probablemente está deteriorado y por lo tanto debe reemplazarse.

6.3.3 Se añaden 5 ml de solución de ácido fosfomolibdico y se agita durante veinte segundos. Finalmente se añaden 5 ml de hidróxido de amonio (NH_4OH) y se agita nuevamente durante veinte segundos.

6.3.4 Exactamente después de diez minutos de haber añadido el hidróxido de amonio (NH_4OH) se vierte la solución en la celda del fotómetro y se registra la lectura que indica el instrumento.

Nota. Es conveniente o deseable que la muestra sea examinada inmediatamente después de la obtención de la curva de calibración.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Se convierte la lectura fotométrica de la muestra a miligramos de 2,6 di-iso butil para-cresol utilizando la curva de calibración.

7.2 Se calcula el porcentaje en peso de 2,6 di-iso butil para-cresol en la muestra de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Porcentaje de 2,6 di-iso butil para-cresol} = \frac{(M \times 2,857)}{W} \times 100$$

en donde:

M = miligramos de 2,6 di-iso butil para-cresol, leídos en la curva de calibración,

W = miligramos de muestra (6.3.2) usados en el ensayo, y

2,857 = relación del volumen total de la muestra (100 ml) al volumen de la muestra alícuota utilizada (35 ml).

8 ERRORES DE METODO

8.1 Los siguientes criterios deben ser utilizados para determinar la aceptación de los resultados (95% de probabilidad).

8.1.1 Repetibilidad.

Los resultados duplicados obtenidos por el mismo operador deben ser considerados confiables si la diferencia entre ambos resultados no es mayor de:

0,030% para aceite nuevo

0,055% para aceite usado

8.1.2 Reproducibilidad.

Los resultados obtenidos en dos laboratorios diferentes deben considerarse confiables si éstos no varían en más de las siguientes cantidades:

para aceite nuevo 0,005%

para aceite usado en estudio.

9 INFORME

9.1 Debe elaborarse un informe que incluya los siguientes datos:

9.1.1. Norma COVENIN utilizada.

9.1.2 Cantidad en miligramos de 2,6 di-iso butil para-cresol de la muestra, y

9.1.3 Porcentaje en peso de 2,6 di-iso butil para-cresol en la muestra.

10 RELACION CON OTRAS NORMAS

ASTM D 1473-70 (American Society for Testing and Materials)