



**COMBUSTIBLES.
DETERMINACION DE INHIBIDORES DE CONGELACION
DEL SISTEMA DE COMBUSTIBLE.
(METODO IODOMETRICO)**

ISBN: 980-06-0828-1

CDU: 662.75:543



TRAMITE

COMITE TECNICO CT4:	PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS
PRESIDENTE :	DR. JESUS GONZALEZ ESCOBAR
VICEPRESIDENTE :	DR. GILBERTO ARAUJO
SECRETARIA :	ING. MARGARITA LAFRATTA
SUBCOMITE TECNICO SC5:	METODO DE ENSAYOS
COORDINADORAS: :	ING. MARIELA VILORIA
	ING. MARGARITA LAFRATTA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

CORPOVEN, S.A.

INTEVEP, S.A.

I.P.A.

LAGOVEN, S.A.

MARAVEN, S.A.

MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS
DIRECCION MERCADO INTERNO

PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.
(PDVSA)

ENVIO A DISCUSION PUBLICA

FECHA DE ENVIO: 2-02-91

DURACION : 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 23-10-91

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 11-12-91

REPRESENTANTES

LUIS ANGEL VALCARCEL
MARIA MERCEDES MARINAN
WILMER PEÑA

CARMEN PEREZ
GUILLERMO RODRIGUEZ
MENCIA DE LA ROSA

GILBERTO ARAUJO

BELKIS LOPEZ P.

FRANCISCO PEÑA
SANDOR FELKAI
VIRGILIO ZAPATA

JESUS GONZALEZ ESCOBAR

HERNANI MEINHARD

NORMA VENEZOLANA
COMBUSTIBLES
DETERMINACION DE INHIBIDORES DE CONGELACION
DEL SISTEMA DE COMBUSTIBLE
(METODO IODOMETRICO)

COVENIN
2835-91

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta Norma Venezolana establece el método para la determinación de etilenglicol monometil-éter [metil cellosolve, $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$] y glicerol [glicerina, $\text{CHOH}(\text{CH}_2\text{OH})_2$], en concentraciones de 0,05% a 0,20 (v/v) en combustibles de hidrocarburos.

2.2 El método no es aplicable si el volumen de tiosulfato de sodio empleado en la titulación es menor a 5,0 mL.

3 RESUMEN DEL METODO

El método consiste en separar el metil cellosolve y la glicerina del combustible mediante extracción con agua. Se permite que la solución acuosa reaccione con un exceso de solución estándar de dicromato de potasio en presencia de ácido sulfúrico, y el exceso de dicromato se determina iodométricamente.

4 EQUIPOS

4.1 MATRAZ ERLLENMEYER, 50 mL.

4.2 PLANCHA DE CALENTAMIENTO.

4.3 MATRAZ IODOMETRICO, 500 mL.

4.4 EMBUDOS DE SEPARACION, 125 mL, forma de pera con aro y soporte.

4.5 TUBOS DE ENSAYO DE VIDRIO RESISTENTE AL CALOR, 22 mm de diámetro, 175 mm de largo, con gradilla.

4.6 MATERIAL DE VIDRIO VOLUMETRICO.

4.6.1 Buretas, de 25 mL, 50 mL.

4.6.2 Pipetas, de 5 mL, 10 mL, 25 mL.

4.6.3 Balones aforados, de 100 mL, 500 mL, 1000 mL.

4.7 BOTELLAS DE VIDRIO CON TAPAS

4.8 CRONOMETRO

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 HIELO PICADO

5.2 SOLUCION ESTANDAR DE METIL CELLOSOLVE-GLICERINA. Se transfieren con una pipeta 10,00 mL de solución de metil cellosolve-glicerina a un balón aforado de 1 L. Se enrasa con agua y se homogeniza la solución. Se diluyen 10,00 mL de esta solución en un balón aforado de 100 mL. Se enrasa con agua y se homogeniza. La solución resultante contiene 0,10% (v/v) de metil cellosolve-glicerina.

5.3 SOLUCION DE DICROMATO DE POTASIO (0,2 N). Se pesan 4,9035 g de dicromato de potasio secado previamente durante 1 h a 110°C. Se transfiere cuantitativamente a un balón aforado de 500 mL, se enrasa con agua y se homogeniza la solución.

5.4 YODURO DE POTASIO, sólido

5.5 SOLUCION INDICADORA DE ALMIDON. Se mezclan 4 g de almidón soluble y 10 mg de preservativo de yoduro mercurico con 10 mL de agua, se agrega la suspensión lentamente a 1 L de agua en ebullición. Se hierve durante 5 min. Se deja enfriar la solución y se guarda en una botella con tapa de vidrio.

5.6 ACIDO SULFURICO. (H_2SO_4) concentrado (g.e. 1,84)

5.7 SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO (0,1 N). Se disuelven ($25,0 \pm 0,1$) g de tiosulfato de sodio ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) en 1 L de agua. Se añaden 0,01 g de carbonato de sodio para estabilizar la solución y se homogeniza. Se deja la solución en reposo durante 24 h antes de titular. Se debe titular la concentración de esta solución cada dos semanas. Para titular, se transfieren con una pipeta lentamente 10,00 mL de solución de dicromato de potasio (0,2 N) en un matraz iodométrico de 500 mL, y se añaden 5,00 mL de ácido sulfúrico concentrado. Se agregan aproximadamente 8 g de yoduro de potasio y se homogeniza. Se titula con la solución de tiosulfato de sodio, agitando el líquido constantemente hasta que el color marrón cambie a verde amarillento. Se añaden 2 mL de solución indicador de almidón y se continúa la titulación hasta que el color cambie de azul oscuro a verde azulado pálido. Cuando se acerca el punto final se debe tener cuidado de agitar el frasco de yodo vigorosamente después de la adición de cada gota de tiosulfato.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 DETERMINACION DEL FACTOR F. (Factor F = mL de metil cellosolve-glicerina por miliequivalente de dicromato de potasio).

6.1.1 Se transfieren con una pipeta 5,00 mL de la solución estándar de metil cellosolve-glicerina (véase 5.2) en un tubo de ensayo. Se añaden con una pipeta 10,0 mL de la solución (0,2 N) de dicromato de potasio, se coloca el tubo de ensayo en un baño de hielo. Después de enfriada la solución, se agregan lentamente 5,00 mL de ácido sulfúrico concentrado, agitando el tubo de ensayo en el baño de hielo constantemente. Debe evitarse el sobrecalentamiento de la solución durante la homogenización de las fases acuosas y ácidas.

6.1.2 Se deja enfriar la solución y luego se coloca el tubo de ensayo en un baño de agua en ebullición durante 10 min. Se regresa el tubo de ensayo al baño de hielo y se deja enfriar a temperatura ambiente o menor.

6.1.3 Se transfiere el contenido del tubo de ensayo a un matraz iodométrico de 500 mL, se lava el tubo de ensayo cuatro veces con porciones de 5 mL de agua, y se agregan los lavados al matraz iodométrico.

6.1.4 Se añaden aproximadamente 3 g de yoduro de potasio y se titula con la solución de tiosulfato de sodio (0,1 N) hasta el punto final del almidón (véase 5.5). Cuando se acerca el punto final, se debe agitar el matraz iodométrico vigorosamente después de la adición de cada gota de tiosulfato. La determinación del factor F se efectúa por triplicado. Ninguno de los tres valores debe diferir del promedio en más de $\pm 0,0001$.

6.2 ANALISIS DE COMBUSTIBLE

6.2.1 Se transfieren 25,0 mL de muestra a un embudo de separación seco de 125 mL, y se añaden con una pipeta 25,0 mL de agua. Se tapa el embudo y se agita vigorosamente durante 2 min. Se dejan separar las dos fases, y se drena la capa acuosa en un matraz Erlenmeyer seco de 50 mL.

6.2.2 Se transfieren con una pipeta 5,00 mL de esta solución a un tubo de ensayo. Se añaden desde una bureta o pipeta 10,00 mL de solución de dicromato de potasio (0,2 N), y se coloca el tubo de ensayo en un baño de hielo. Se deja enfriar la solución y luego se añaden lentamente 5,00 mL de ácido sulfúrico concentrado, agitando el tubo de ensayo en el baño de hielo constantemente.

6.2.3 Después de enfriada la solución, se coloca el tubo de ensayo en un baño de agua en ebullición durante exactamente 10 min. Se enfría la solución a temperatura ambiente en un baño de hielo.

6.2.4 Se transfiere la solución cuantitativamente a un matraz iodométrico de 500 mL, se lava el tubo de ensayo cuatro veces con porciones de 5 mL de agua, y se agregan los lavados al matraz iodométrico. Se añaden aproximadamente 3 g de yoduro de potasio, y se titula con solución de tiosulfato de sodio (0,1N) hasta el punto final del almidón (véase 5.5). Cuando se acerca el punto final, se debe agitar el matraz iodométrico vigorosamente después de la adición de cada gota del tiosulfato.

6.3 DETERMINACION DEL BLANCO. Se hace una determinación en blanco repitiendo el procedimiento descrito anteriormente utilizando una muestra de combustible,

a ensayar captada antes de la incorporación del aditivo inhibidor de congelación.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 La normalidad de la solución de dicromato de potasio, expresada en meq/L, se calcula según:

$$N(K_2Cr_2O_7) = \frac{g K_2Cr_2O_7}{24,515}$$

7.2 El factor F, expresado en mL de metilcellosolve-glicerina/meg de dicromato de potasio, se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{0,005}{(V_D N_D) - (V_T N_T)} = \frac{0,005}{2,00 - (V_T N_T)}$$

donde:

0,005 = volumen de alicuota de solución estándar de metil-cellosolve-glicerina, mL

V_D = volumen de dicromato de potasio, mL

N_D = normalidad de dicromato de potasio

V_T = volumen de tiosulfato de sodio, mL

N_T = normalidad de tiosulfato de sodio

7.3 El contenido de metil cellosolve-glicerina en el combustible, expresado en % v/v, se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ de metil cellosolve-glicerina} = \frac{100 F [(V_D N_D) - (V_T N_T)]}{AS}$$

donde:

F = factor definido en párrafo 5.1 y calculado según 7.2

V_D = volumen de dicromato de potasio, mL

N_D = normalidad de dicromato de potasio

V_T = volumen de tiosulfato de sodio, mL

N_T = normalidad de tiosulfato de sodio

A = alicuota del extracto acuoso, mL

S = volumen de muestra de combustible, mL

Cuando esta Norma se sigue rigurosamente, la ecuación puede ser reducida a:

$$\% \text{ en volumen de metil cellosolve-glicerina} = 20F[2,000 - (V_T N_T)]$$

7.3.1 Se calcula el valor del blanco de la misma manera que para la muestra.

7.3.2 Para indicar el porcentaje en volumen corregido de metil cellosolve-glicerina, se resta el valor del blanco del obtenido en el punto 7.3. Si se obtienen valores de inhibidor de congelación altos para la mezcla terminada, se recomienda solicitar una muestra del combustible no inhibido para utilizarlo en la realización de las determinaciones del blanco de este producto.

8 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 8.1 Fecha de realización del ensayo
- 8.2 Nombre del analista
- 8.3 Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 2835
- 8.4 Identificación de la muestra
- 8.5 Resultados parciales y/o finales

9 PRECISION

Las determinaciones por duplicado no deben diferir del promedio en más de $\pm 0,005$ en el intervalo de 0,05% a 0,20% v/v de metil cellosolve-glicerina.

10 TIEMPO DE ANALISIS

- 10.1 El tiempo empleado para la realización de este análisis es de 3 h.
- 10.2 Las horas-hombre empleadas para la realización de este análisis son 3.

BIBLIOGRAFIA

Method 5327.3 Federal Test Method Standard N° 791B. Air Force-APFL-WPAFB-1969.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11
CARACAS

publicación de:

