

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
588:2001**

**PETRÓLEO CRUDO
Y COMBUSTIBLES RESIDUALES.
DETERMINACIÓN DE SEDIMENTOS
POR EXTRACCIÓN**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a las directrices 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 N° 2001-11 de fecha 28/11/2001.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: PDVSA-DELTAVEN; PDVSA-INTEVEP; PDVSA-RSC; Ministerio de Energía y Minas.

**NORMA VENEZOLANA
PETRÓLEO CRUDO Y COMBUSTIBLES
RESIDUALES. DETERMINACIÓN DE
SEDIMENTOS POR EXTRACCIÓN**

**COVENIN
588:2001
(1^{ra} Revisión)**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica un método que permite la determinación de sedimentos por extracción de petróleo crudo o combustibles residuales con tolueno.

NOTA 1: La precisión de este método no se ha determinado para aceites reciclados y de cajas ("crank case oil"), por lo tanto se requieren pruebas adicionales para determinarlo.

1.2 En las operaciones de refinación y en la comercialización de crudos y combustibles residuales es importante conocer el contenido de sedimento en crudos y combustibles residuales.

1.3 Esta norma no pretende mencionar todo lo que a seguridad se refiere, en caso de que existiera, en relación con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer sus propias prácticas de salud y seguridad y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reguladoras antes de su uso.

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 está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

2.1 Normas Venezolanas COVENIN

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

2.2 Otras normas

Hasta tanto no se aprueben la Normas Venezolanas COVENIN respectivas, se deben consultar las normas siguientes:

ASTM D 4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products.

API MPMS8 Sampling Petroleum and Petroleum Products

ISO 4793:1980 Laboratory Apparatus- Filters- Porosity Grading

ISO 5272:1979 Toluene- Specifications

3 RESUMEN

Para determinar el contenido de sedimento en petróleo crudo o combustibles residuales, se toma una muestra representativa la cual se coloca en un dedal refractario y se extrae con tolueno caliente hasta que se obtiene una masa constante de residuo. La masa de residuo, calculada como porcentaje, se expresa como "sedimento por extracción".

4 EQUIPO

4.1 Equipo de extracción. Consta de las partes descritas desde 4.1.1 hasta 4.1.6 y se muestra en las Figuras 1 y 2.

4.1.1 Fiola de extracción. Fiola Erlenmeyer, boca ancha y capacidad para 1 L.

4.1.2 Condensador. Condensador de metal en forma de espiral, de 25 mm de diámetro y 50 mm de largo, unido a una tapa cuyo diámetro es suficiente para cubrir el cuello de la fiola, y cuyos extremos sobresalen de

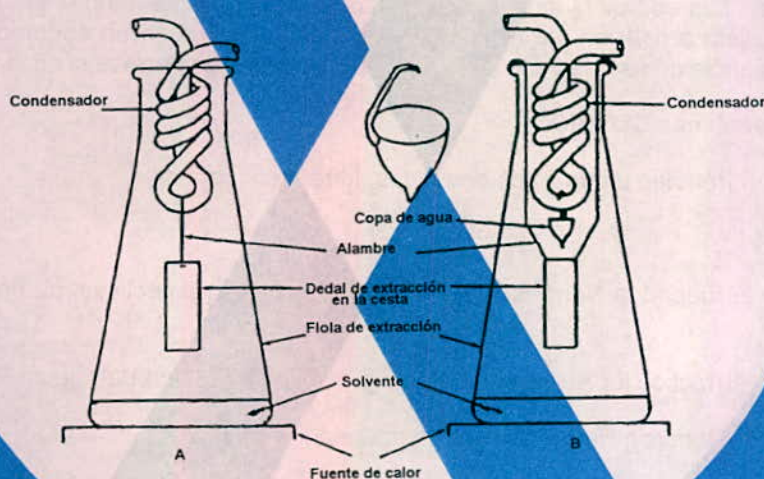
la tapa (Fig. 1). El condensador en espiral debe ser de acero inoxidable, estaño, o aleaciones de estaño con plata y cobre o plata y bronce, con un diámetro externo entre 5 y 8 mm y 1,5 mm de espesor de las paredes. Si está construido de aleaciones de estaño con plata y cobre, o plata y bronce, el espesor de la capa de estaño debe tener 0,075 mm de espesor, como mínimo.

4.1.3 Dedal de extracción. El dedal de extracción debe ser de material poroso refractario, índice de tamaño de poro P16, de 25 mm de diámetro y 70 mm de altura, con un peso no menor de 15 g ni mayor de 17 g. El dedal debe quedar suspendido del espiral del condensador mediante una cesta, de manera tal que cuelgue hasta aproximadamente la mitad de la distancia entre la superficie del solvente de extracción y la parte inferior del condensador.

4.1.4 Cesta del dedal. La cesta del dedal debe ser resistente a la corrosión, construida de platino, acero inoxidable, aleación de níquel-cromo, o de un material similar, y que cumpla con los requisitos indicados en la Fig. 2.

4.1.5 Copa de agua. Es un recipiente de vidrio, de forma cónica, de 20 mm de diámetro y 25 mm de profundidad y un volumen de 3 mL, aproximadamente. Se utiliza en los ensayos de muestras con alto contenido de agua (Fig. 1B). La copa tiene una varilla de vidrio en forma de gancho, fundida a un lado del borde, de manera tal que cuando se cuelgue la copa, ésta quede lo suficientemente nivelada. La cesta del dedal se suspende con un alambre resistente a la corrosión que se pasa por encima del extremo inferior del serpentín del condensador y unido al gancho de la cesta (Fig. 1A), o como se muestra en la Fig. 1B, donde los alambres que soportan la cesta están unidos a los ganchos que están soldados a la parte exterior de la tapa del condensador.

4.1.6 Fuente de calor. Una fuente de calor, preferiblemente un plato caliente, apropiado para vaporizar el tolueno.



Nota – Aparato B muestra la copa en posición

Figura 1. Equipo de extracción para la determinación del sedimento

5 REACTIVOS

5.1 Tolueno, Grado 2, conforme a la especificación ISO 5272.

NOTA 2: Advertencia. Inflamable

5.1.1 Las características típicas del tolueno son:

Color (APHA)

Intervalo de ebullición (inicial a punto seco)^A

Residuo de evaporación

Sustancias que se oscurecen con H₂SO₄

Compuestos de azufre (como S)

Agua (por titulación Karl Fischer)

^A Punto de ebullición registrado 110,6 °C

10

2,0 °C

0,001%

pasa la prueba ACS

0,003 %

0,03 %

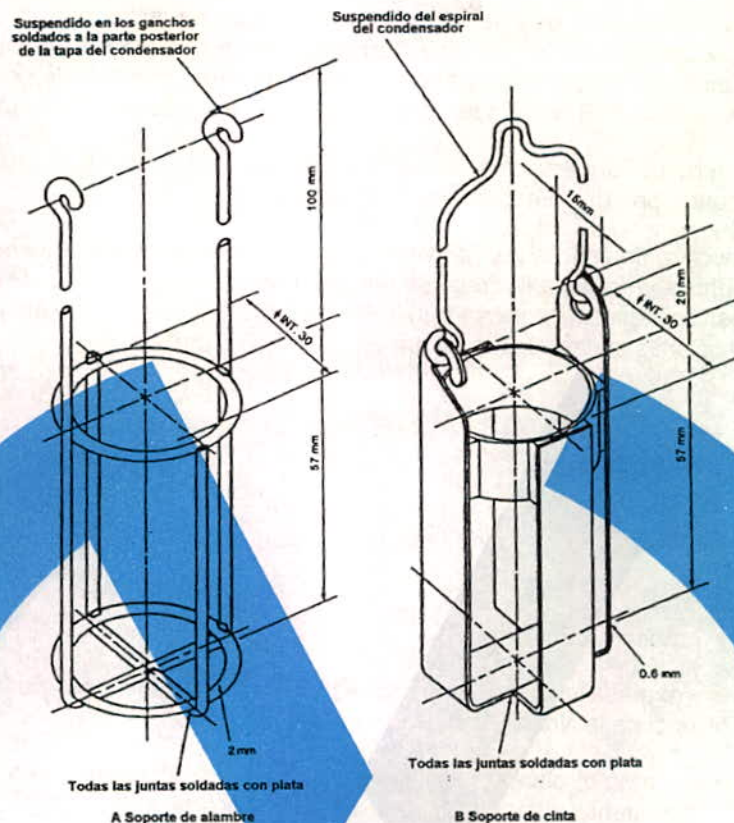


Figura 2 Soporte de la cesta del dedal

6 MUESTREO

6.1 El muestreo se define como todos los pasos requeridos para obtener una alícuota del contenido de cualquier línea, tanque u otro sistema y colocar la muestra en el recipiente para la prueba de laboratorio.

6.2 Para este método solo se pueden usar muestras representativas obtenidas según las especificaciones indicadas en la Norma Venezolana COVENIN 950.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Para muestras de referencia, use un dedal de extracción nuevo. Para muestras de rutina se pueden reusar los dedales. Antes de reusar un dedal, este se debe calentar a un rojo débil (preferiblemente en un horno eléctrico), para remover la porción de combustible del sedimento acumulado. El dedal se somete a una extracción preliminar, según se describe en 7.2, antes de usarlo para otra determinación.

7.2 Antes de usar un dedal nuevo, frote la superficie exterior con un papel de lija fino y elimine todo el material suelto con un cepillo duro. Haga una extracción preliminar con tolueno, dejando que el solvente drene del dedal por lo menos durante 1 h. Luego, seque el dedal por 1 h a 115 – 120 °C, déjelo enfriar por 1 h en un desecador sin desecante y pese con precisión de 0,1 mg. Repita la extracción hasta que la masa del dedal, después de dos extracciones sucesivas, no difiera en más de 0,2 mg.

7.3 Coloque aproximadamente 10 g de la muestra en el dedal inmediatamente después que la muestra se ha mezclado, como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 950 y en la ASTM D 4177. No intente ajustar esta porción estimada a una cantidad exacta predeterminada. Pese con precisión al 0,01 g. Coloque el dedal en el aparato de extracción y extraiga con tolueno caliente por 30 min después de que el solvente que gotea del dedal es incoloro.

7.3.1 Asegúrese que la rata de extracción es tal que la superficie de la mezcla de aceite y tolueno en el dedal no esté a 20 mm del tope.

7.4 Cuando se analizan muestras que tienen alto contenido de agua, se usa el ensamblaje indicado en la Figura 1B. En este procedimiento, toda el agua presente en la porción de muestra se elimina al formar el azeótropo con el tolueno y se recoge en la parte inferior de la copa de agua, de donde se separa. La capa de tolueno permanece en el dedal. Si la copa se llena, se enfría el aparato y se vacía la copa.

7.5 Una vez que se termina la extracción, se seca el dedal por 1 h a 115 – 120 °C, se deja enfriar en un desecador, sin desecante, por 1h y luego se pesa con aproximación a 0,2 mg.

7.6 Se repite la extracción, dejando que el solvente escurra del dedal, por lo menos durante 1h, pero no más de 1,25 h. Se seca, enfría y se pesa el dedal según se describe en 7.5. Se repite la extracción por períodos adicionales de 1 h, si es necesario, hasta que la masa más el sedimento después de secar el dedal, y después de dos extracciones sucesivas, no difiere en más de 0,2 mg.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Cálculos

8.1.1 La masa de sedimento se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Sedimento (\%masa)} = \frac{\text{masa de sedimento}}{\text{masa de la muestra}} \times 100$$

8.1.2 El resultado se expresa como el porcentaje en masa de sedimento por extracción al 0,01 % más cercano y se hace referencia a la Norma Venezolana COVENIN 588.

8.1.2.1 Dado que, generalmente, el valor de agua y sedimento se expresa como porcentaje en volumen, se calcula el volumen de sedimento como porcentaje en relación a la muestra total. Como, probablemente, la mayor parte del sedimento es arena (óxido de silicio, cuya densidad relativa es 2,32) y solo una pequeña porción es de otra naturaleza (con una densidad relativa menor que la de la arena), se usa 2,0 como una densidad relativa arbitraria para el sedimento resultante. Por lo tanto, para obtener el % en volumen de sedimento, divida el % en masa de sedimento entre 2, y multiplique por la densidad relativa del crudo a 15 °C. Si no se conoce la densidad relativa del crudo, se usa el valor 0,85.

$$\text{Sedimento (\%Volumen)} = \frac{\text{\%masa de sedimento}}{2,0} \times (\text{densidad relativa del crudo ó } 0,85 \text{ si no se conoce})$$

9 PRECISIÓN

9.1 La precisión de este método está basada en resultados de pruebas interlaboratorio para un intervalo de 0 a 0,4% masa, según se indica en 9.1.1 y 9.1.2.

9.1.1 **Repetibilidad.** La diferencia entre los resultados de dos pruebas sucesivas, obtenidas por el mismo operador, con el mismo equipo, bajo condiciones constantes de operación y con material de prueba idéntico, sólo podrá exceder los siguientes valores en un caso entre veinte:

$$0,017 + 0,255 S$$

donde: S = promedio del resultado en porcentaje

9.1.2 **Reproducibilidad.** La diferencia entre dos resultados individuales e independientes, obtenidos por diferentes operadores que trabajan en diferentes laboratorios, con material de prueba idéntico, sólo podrá exceder los siguientes valores en un caso entre veinte:

$$0,033 + 0,255 S$$

donde: S = promedio del resultado en porcentaje

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 473-81(1995)^{E2}. Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuels Oils by the Extraction Method, Vol.05.01, 2001.

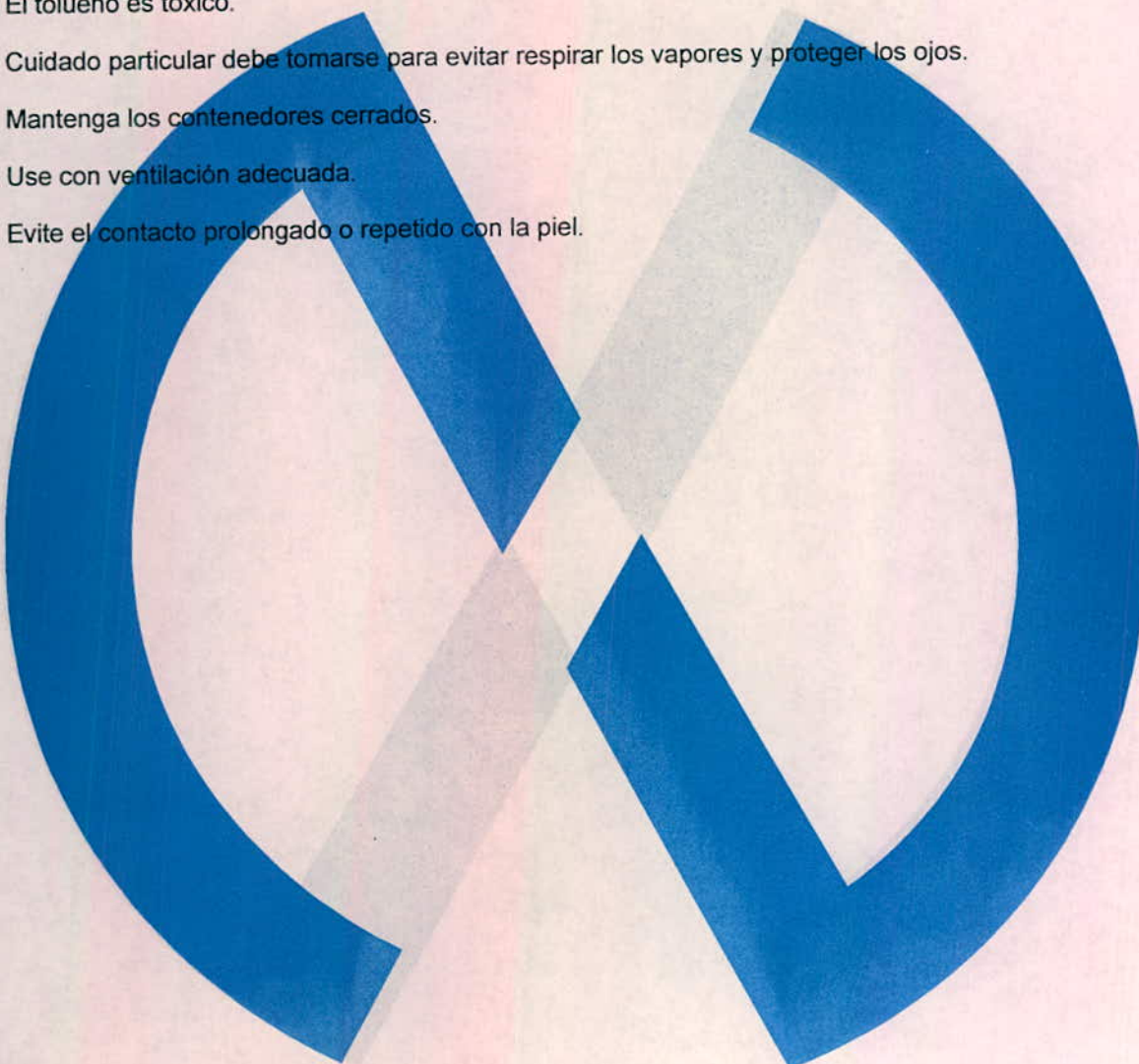


ANEXO A (Normativo)

A.1 INFORMACIÓN DE PRECUACIÓN

A.1.1 Tolueno. Precaución:

- ⇒ Manténgalo alejado del calor, chispazos y llamas.
- ⇒ Vapores dañinos.
- ⇒ El tolueno es tóxico.
- ⇒ Cuidado particular debe tomarse para evitar respirar los vapores y proteger los ojos.
- ⇒ Mantenga los contenedores cerrados.
- ⇒ Use con ventilación adecuada.
- ⇒ Evite el contacto prolongado o repetido con la piel.



COVENIN
588:2001

CATEGORÍA
B

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

I.C.S: 75.020

ISBN: 980-06-2840-1

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Petróleo crudo, combustible residual, sedimento, método por extracción.