

Inv.
01997
27-08-99
1/2

NORMA VENEZOLANA

**COVENIN
2316:1999**

SOLVENTES DE HIDROCARBUROS. DETERMINACIÓN DE LOS VALORES DE KAURI-BUTANOL

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 2316-85 fue elaborada de acuerdo a los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT4 Petróleo, gas y sus derivados** por el Subcomité Técnico **SC25 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
SOLVENTES DE HIDROCARBUROS.
DETERMINACIÓN DE LOS VALORES DE
KAURI-BUTANOL**

**COVENIN
2316:1999
(1^{ra} Revisión)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana especifica un método que permite la determinación del poder solvente de los hidrocarburos utilizados en la formulación de lacas y pinturas. El método es adecuado para ser utilizado con solventes que tengan un punto inicial de ebullición superior a los 40°C, y un punto seco por debajo de 300°C (véase la NOTA 1). Un valor alto de Kauri-butanol indica un fuerte poder de solvente.

NOTA 1: La norma COVENIN 850 se utiliza para determinar el punto inicial de ebullición y el punto seco de los solventes de petróleo y similares. El método ASTM D 1078 se utiliza para compuestos puros y cortes con intervalos estrechos de puntos de ebullición.

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 aquellos 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 850-95 Productos derivados del petróleo. Destilación.

COVENIN 1090-93 Productos derivados del petróleo. Determinación del punto de anilina y punto de anilina mixto.

2.2 Otras normas

Hasta tanto no se aprueben las Normas Venezolanas COVENIN correspondientes deben consultarse las siguientes normas:

ASTM D 304-95 Especificación para Alcohol n-butílico

ASTM D 841-95 Especificación para Tolueno grado Nitración

ASTM D 1078-97 Método para la Destilación de Compuestos orgánicos líquidos volátiles.

3 DEFINICIONES

Para la presente Norma Venezolana COVENIN se aplica la siguiente definición:

3.1 Valor Kauri-butanol: Es el volumen en mililitros de un solvente a 25°C, necesario para enturbiar 20 g de una solución patrón de resina Kauri en alcohol butílico normal. La solución de resina Kauri se normaliza con tolueno cuyo valor asignado es de 105, y una mezcla en volumen de 75% de n-heptano y 25% de tolueno que tiene un valor asignado de 40.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Pureza de los reactivos. En todas las pruebas se deben utilizar reactivos de pureza de grado para análisis. Otros grados pueden ser usados siempre y cuando se compruebe que la pureza del reactivo es la suficiente para permitir su uso sin afectar la precisión de este método.

4.2 Pureza del agua. Agua destilada o de pureza equivalente.

4.3 Solución de Kauri-butanol (véase la NOTA 2). Se colocan en un balón de 3 litros, 400 g de resina de Kauri limpia y clara de grado XXXX, XXX ó XX, molidos a un tamaño no mayor de 5 mm. Se añaden, agitando vigorosamente, 2000 g de alcohol butílico normal (intervalo de ebullición 116°C a 118°C). Se agita mecánicamente hasta que la resina se disuelva, calentando si es necesario hasta 55°C. Si no se dispone de un agitador mecánico, se coloca en el balón un condensador de reflujo y se calienta en un baño de vapor hasta disolver totalmente la resina de Kauri. Se deja reposar la solución durante 48 horas, y luego se clarifica filtrándola a través de un embudo Buchner con succión, utilizando para ello papel de filtro doble y cambiándolo con la frecuencia que sea necesaria.

NOTA 2: Pueden utilizarse soluciones comerciales preparadas de Kauri-butanol¹.

4.4 Tolueno, $C_6H_5CH_3$, de acuerdo a las especificaciones dadas en la tabla 1, para ser utilizado como patrón de alto poder solvente.

4.5 n-heptano, C_7H_{16} , de grado de prueba de detonación según se indica en la tabla 2.

4.6 Mezcla de n-heptano/tolueno. Consiste en $(25,0 \pm 0,1)$ % de tolueno y $(75,0 \pm 0,1)$ % de n-heptano, en base a volumen, para ser utilizada como patrón de bajo poder solvente.

NOTA 3: La mezcla de $(25,0 \pm 0,1)$ % de tolueno y $(75,0 \pm 0,1)$ % se puede preparar de cualquier forma siempre y cuando brinde la precisión deseada. La siguiente técnica resulta adecuada (PRECAUCIÓN, véase la NOTA 4). Se llevan el tolueno puro, el n-heptano puro y un balón volumétrico de 200 ml, calibrado a la misma temperatura, preferiblemente en una habitación a temperatura constante. Se colocan 50 ml de tolueno en el balón volumétrico de 200 ml utilizando una bureta o una pipeta calibrada. Se llena el balón volumétrico, hasta casi alcanzar la línea de calibración, con n-heptano, se coloca la tapa de vidrio del balón volumétrico y se mezcla cuidadosamente invirtiendo el balón repetidamente. Se deja reposar durante unos minutos; luego se añade n-heptano hasta alcanzar la marca de calibración de 200 ml y se vuelve a mezclar cuidadosamente.

NOTA 4: Muchos hidrocarburos aromáticos son peligrosos, y por lo tanto, resulta necesario tomar en cuenta ciertas precauciones al manejarlos. Se debe evitar todo contacto con los ojos y con la piel, así como la inhalación de vapores. En caso de contacto con la piel, se lava rápidamente con jabón y agua. Si esto ocurre con los ojos, se enjuagan con agua durante 15 minutos y se acude a un médico.

4.7 Balón volumétrico, 200 ml de capacidad.

4.8 Fiola, 250 ml de capacidad.

4.9 Bureta, de 50 ml de capacidad.

4.10 Balón, fondo redondo de 3 L de capacidad.

4.11 Material de impresión. Se puede usar la página denominada anexo A, la cual está escrita con letra negra de tamaño 10 tipo Times New Roman, como fondo de la titulación.

El original dice: hoja de papel blanco impresa con letra N0 31 tipo viejo estilo bruce de 10 o 12 puntos. El formato de la norma es apropiado para este fin.

5 APARATOS

5.1 Baño de agua. Un envase de vidrio transparente a una temperatura de $25^\circ C \pm 1^\circ C$. Como alternativa se puede utilizar una habitación mantenida a la misma temperatura.

5.2 Balanza, con apreciación de $\pm 0,01$ g.

¹ Chemical Service Laboratories (5543 Dyer St. Dallas, Tx 75206, USA), es el único suplidor hasta el momento. Se da esta información para facilitar a los usuarios la utilización de esta Norma Venezolana y no significa una recomendación del suplidor citado por parte de FONDONORMA.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Normalización de la solución Kauri-butanol

6.1.1 Se pesan $20,00 \text{ g} \pm 0,10 \text{ g}$ de solución de Kauri-butanol en una fiola de 250 ml y se coloca en el baño de agua a 25°C . Se titula con el tolueno patrón, agitando constantemente la fiola, mientras se mantiene la mezcla a una temperatura de 25°C . Se reducen, gradualmente, las cantidades sucesivas de tolueno añadidas a medida que se va alcanzando el punto final. El punto final se alcanza cuando el contorno claro de las letras de la página del anexo A colocada directamente bajo el baño de agua, y observadas a través del líquido se enturbian o desdibujan, pero sin alcanzar el punto en el cual sean ilegibles. Se verifica la temperatura de la fiola inmediatamente después de haber alcanzado el punto final y si está por encima de 26°C o por debajo de 24°C , se repite la titulación.

6.1.2 El volumen de tolueno utilizado, en mililitros, representa el título real para la solución de Kauri-butanol que se tiene a mano. Este valor debe ser aproximadamente $105 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$. Si se exceden estos límites, se ajusta la concentración de la solución de Kauri butanol con el fin de llevar el volumen total dentro de los límites deseados. Se designa el volumen de tolueno utilizado como el valor A de la fórmula de cálculo (véase 7.1).

6.1.3 Se pesan $20,00 \text{ g} \pm 0,10 \text{ g}$ de la solución de Kauri-butanol (ajustada según descrita en el punto 6.1.2) en una fiola de 250 ml y se coloca en el baño de agua. Se titula con la mezcla de heptano-tolueno en la forma descrita en el punto 6.1.1. Se designa con el valor B, el volumen, en mililitros, de la mezcla utilizada en esta titulación (véase 7.1).

NOTA 5: Si la composición de la mezcla difiere de $25,0 \pm 1,0\%$ de tolueno, pero está dentro del intervalo de 22% a 28% de tolueno, la constante en la ecuación del factor de mezcla diferirá de 40,0 en 0,6 unidades por cada 1% de tolueno de diferencia. Por ejemplo, a 28% de tolueno, la constante es 41,8 en lugar de 40,0.

NOTA 6: La solución de Kauri-butanol, recién preparada puede cambiar su normalidad de un día para otro. Por lo tanto, resulta aconsejable permitir que la solución se añeje antes de valorarla y, en cualquier caso, se deben verificar en días sucesivos hasta que el factor de tolueno y el factor de mezcla permanezcan constantes.

6.2 Técnica de ensayo

Se pesan $20,00 \text{ g} \pm 0,10 \text{ g}$ de la solución normalizada de Kauri-butanol en una fiola de 250 ml. Se coloca la fiola en el baño de agua a $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$. Se llena la bureta de 50 ml con el solvente sometido a prueba y se titula el solvente agitando continuamente la fiola. Se reducen gradualmente las cantidades de solvente añadidas a medida que se acerca el punto final. Este punto final se alcanza cuando el contorno claro de las letras de la página del anexo A colocadas directamente bajo el baño de agua, y observadas a través del líquido se enturbian o desdibujan, pero sin alcanzar el punto en que sean ilegibles. Se verifica la temperatura de la fiola inmediatamente después de haber alcanzado el punto final, y si está por encima de 26°C o por debajo de 24°C , se repite la titulación. Se designa el volumen de solvente, en mililitros usado para producir la turbidez, como C (véase 7.1).

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1 Cálculos

1) Se calcula el valor Kauri-butanol de la manera siguiente:

$$\text{Valor Kauri-butanol} = \left[\frac{65 \cdot (C - B)}{(A - B)} \right] + 40$$

donde:

- A volumen de tolueno requerido para titular 20 g de la solución Kauri-butanol (6.1.2), en mililitros;
- B volumen de la mezcla n-heptano-tolueno requerido para titular 20 g de la solución Kauri-butanol (6.1.3), en mililitros;
- C volumen de muestra requerido para titular 20 g de la solución Kauri-butanol (6.2), en mililitros.

2) Si la bureta se mantiene a una temperatura que no sea de $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, se corrige el volumen de solvente utilizado a la temperatura de referencia de la manera siguiente:

Corrección, ml = $C (25 - T) \times 0,0009$

donde:

C volumen del solvente utilizado en la titulación, en mililitros;

T temperatura del solvente en la bureta, en grados Celsius.

7.2 Precisión

Los siguientes criterios deberán ser utilizados para juzgar la aceptabilidad de los resultados en un intervalo de 30 a 90 con un nivel de confianza del 95 %.

1) Repetibilidad, r

La diferencia entre dos resultados, cada uno de ellos el promedio de dos valores (duplicado), obtenidos por el mismo operador en días distintos deben considerarse dudosos, si ellos difieren por más de:

$$r = 0,01 K - 0,1$$

donde K es el valor promedio de Kauri-butanol.

2) Reproducibilidad, R

La diferencia entre dos resultados, cada uno de ellos el promedio de dos valores (duplicado), obtenidos por dos laboratorios, no deberán ser considerados dudosos a menos que difieran por más de:

$$R = 0,03 K + 1,0$$

donde K es el valor promedio de Kauri-butanol.

3) Desviaciones

Los valores obtenidos por esta prueba solo están definidos por los términos de este método, por lo tanto no hay ningún pronunciamiento al respecto. Las desviaciones provendrán de que la solución de kauri-butanol no haya sido estandarizada y ajustada correctamente.

8 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 1) Fecha de realización del ensayo
- 2) Identificación del analista
- 3) Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 2316
- 4) Identificación de la muestra
- 5) Resultados parciales y/o finales

9 TIEMPO DE ANÁLISIS

- 1) El tiempo requerido para la realización de un ensayo es 0,5 horas.
- 2) Las horas-hombre requeridas para la realización de un ensayo son 0,5.

BIBLIOGRAFÍA

ASTM D 1133-97. Standard Test Method for Kauri-Butanol Value of Hydrocarbon Solvents. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 06.04, 1998.

Descriptor: valor de solvente Kauri-butanol, solventes hidrocarburos, poder de solvente.

Tabla 1 - Especificación del tolueno utilizado como patrón.

Apariencia	Líquido claro, libre de sedimentos entre 18,3°C y 25,6°C.
Densidad relativa 15,56/15,56°C	0,869 a 0,873
Densidad, 20°C	0,865 a 0,870
Color	No más oscuro que 20 sobre la escala de platino cobalto
Intervalo de destilación a 760 mm de Hg	No mayor que 1,0°C incluyendo la temperatura de 110,6°C.
Contenido de aromáticos	No mayor de 1,5% en volumen.
Acidez	No debe presentar evidencia de acidez.
Compuestos de azufre	Libre de H ₂ S y SO ₂ .
Corrosión al cobre	La lámina de cobre no debe presentar depósitos ni decoloración

Tabla 2 - Requisitos de n-heptano.

Número de octano, Método Motor	0,0 ± 0,2
Densidad a 20°C, g/ml	0,68380 ± 0,00015
Índice de refracción, N_d20°C	1,38770 ± 0,00015
Punto de congelación, °C	-90,710 mín.
Destilación, 50% recuperado (a 760 mm Hg), °C	98,427 ± 0,015
Diferencia, 80% recuperado, menos 20% recuperado, °C	0,020 máx.

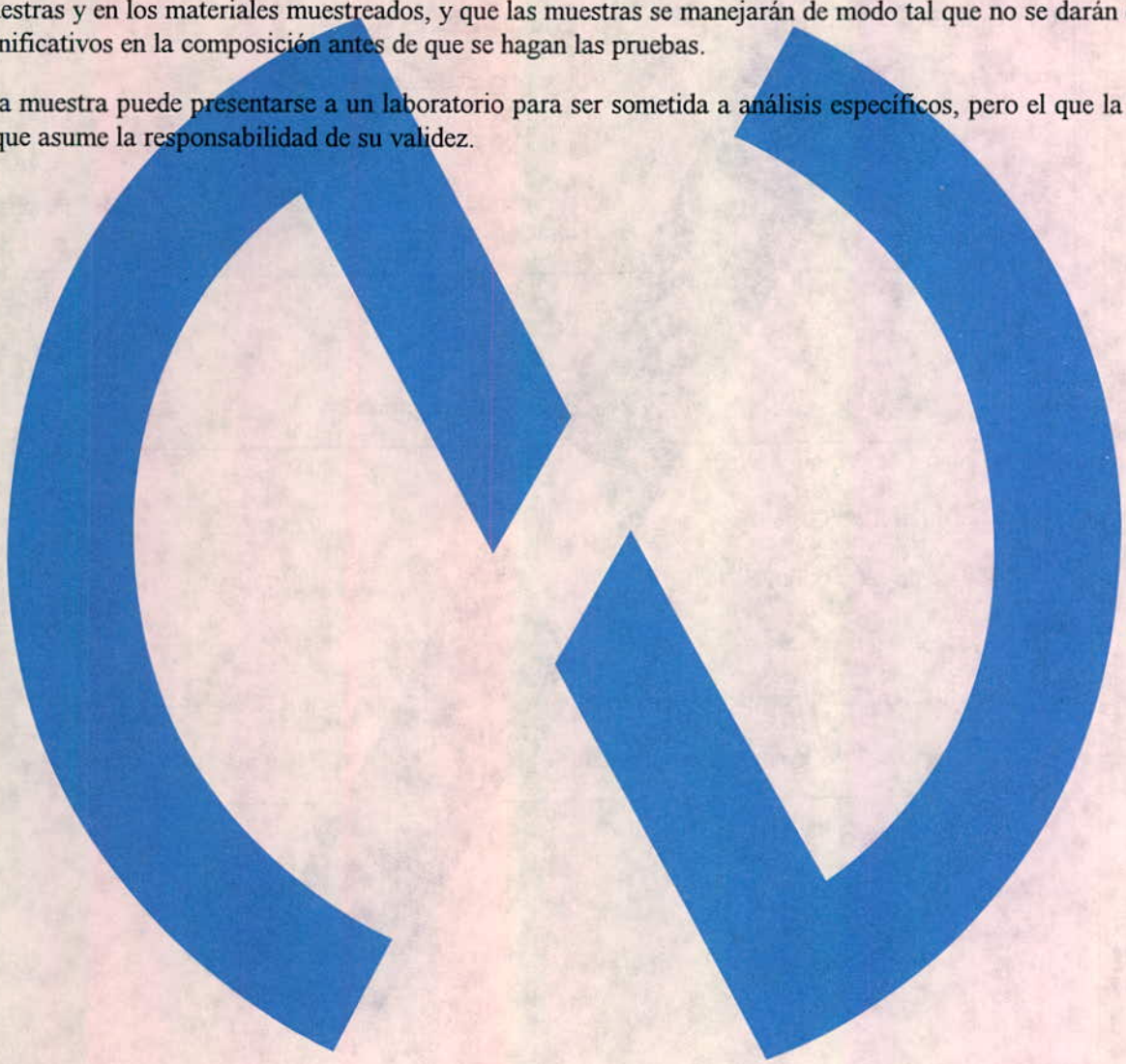
ANEXO A

(Informativo)

PÁGINA MODELO PARA SER USADA COMO FONDO DE LA TITULACIÓN

Existe un antiguo axioma según el cual el resultado de cualquier procedimiento de prueba no puede ser mejor que la muestra en la que se lleva a cabo dicha prueba. El objetivo del muestreo es tomar una porción del material lo suficientemente pequeña en volumen como para poderse transportar convenientemente, y manejarse en un laboratorio logrando que siga representando con precisión el material que se está sometiendo a prueba. Esto implica que las concentraciones o proporciones relativas de todos los componentes, serán iguales en las muestras y en los materiales muestreados, y que las muestras se manejarán de modo tal que no se darán cambios significativos en la composición antes de que se hagan las pruebas.

Una muestra puede presentarse a un laboratorio para ser sometida a análisis específicos, pero el que la toma es el que asume la responsabilidad de su validez.



COVENIN
2316:1999

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:



I.C.S: 75.080

ISBN: 980-06-2288-8

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Hidrocarburo, disolvente.