

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
881:2001**

**COMBUSTIBLES DE AVIACIÓN.
DETERMINACIÓN DEL PUNTO
DE CONGELACIÓN**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN **881-82**, fue revisada de acuerdo a las directrices el 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° **2001-03** de fecha **28/03/2001**.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Energía y Minas; PDVSA-DELTAVEN; PDVSA-INTEVEP; PDVSA-Refinación, Suministro y Calidad; PDVSA-Gas.

**NORMA VENEZOLANA
COMBUSTIBLES DE AVIACIÓN.
DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE
CONGELACIÓN**

**COVENIN
881:2001
(1^{ra} Revisión)**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica el método para determinar el punto de congelación en los combustibles de aviación, como una medida de la formación de sólidos a temperaturas muy bajas como las que se pueden encontrar durante el vuelo o en algunas regiones de la tierra.

1.2 El punto de congelación de un combustible de aviación es la temperatura más baja en la que el combustible está libre de cristales sólidos de hidrocarburos, los cuales pueden restringir el flujo de combustible a través de los filtros, si éstos se encuentran presentes en el sistema de combustible del avión. La temperatura del combustible en el tanque del avión normalmente baja durante el vuelo, dependiendo de la velocidad del avión, la altitud y la duración del vuelo. El punto de congelación debe ser siempre más bajo que la temperatura mínima a la cual opera el tanque.

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.

COVENIN 1898-82	Especificaciones para termómetros.
COVENIN 1899-95	Inspección y verificación de termómetros.
COVENIN 950-90	Petróleo crudo y sus derivados. Muestreo manual.

3 DEFINICIONES

Para la presente Norma Venezolana COVENIN se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Punto de congelación: Es la temperatura a la cual los cristales de hidrocarburos formados por enfriamiento desaparecen cuando se permite que la temperatura del combustible aumente.

3.2 Punto de cristalización: Es la temperatura a la cual aparecen los primeros cristales de hidrocarburos cuando la muestra se enfria.

4 RESUMEN

La muestra se coloca en un tubo con camisa, el cual consta de un agitador, un collarín y un termómetro. El tubo con la muestra se sumerge en un recipiente que contiene un refrigerante. Durante el ciclo de enfriamiento, se agita la muestra vigorosamente y se examina a fin de apreciar la formación de cristales. Cuando se observan los cristales, la temperatura se registra como punto de cristalización. La camisa del tubo de la muestra se retira del medio refrigerante, y se deja que la muestra se caliente lentamente. Se mantiene una agitación continua hasta que todos los cristales desaparecen, en este instante, se anota la temperatura como punto de congelación.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Refrigerantes. Se puede emplear cualquiera de los siguientes:

5.1.1 2-Propanol, (CH₃)₂CHOH, grado comercial o técnico, seco.

NOTA 1: El 2-propanol es el refrigerante preferido.

5.1.2 Etanol, C_2H_5OH , grado comercial o técnico, seco.

5.1.3 Acetona, CH_3COCH_3 , grado comercial, no debe dejar residuos al secarse.

5.1.4 Metanol, CH_3OH , grado comercial o técnico, seco.

5.1.5 Dióxido de carbono, CO_2 , sólido, grado comercial. **Advertencia:** Extremadamente frío ($-78^\circ C$). Libera gases, puede causar sofocación. El contacto con la piel puede causar quemaduras.

5.1.6 Nitrógeno, N_2 , líquido, grado comercial. Úsese sólo para determinar el punto de congelación cuando éste es menor de $-65^\circ C$, tal como el de las gasolinas de aviación. **Advertencia:** Extremadamente frío ($-196^\circ C$). Libera gases, puede causar sofocación. El contacto con la piel puede causar quemaduras.

5.2 Nitrógeno (gas) o aire, ambos secos, se pueden emplear con el collarín impermeable tipo A (véase figura 3).

5.3 Fibra de vidrio, o lana de vidrio, grado comercial, utilizada en el collarín impermeable tipo B (véase figura 4).

5.4 Agente desecante. Se puede emplear cualquiera de los siguientes:

5.4.1 Sulfato de calcio, $CaSO_4$, anhidro granulado, para ser usado como agente desecante en el collarín impermeable tipo B, o para obtener nitrógeno o aire seco (5.2), utilizado en el collarín impermeable tipo A.

5.4.2 Gel de sílice, granulado de 1,7 mm, para ser usado como agente desecante en el collarín impermeable tipo B, o para obtener nitrógeno o aire seco (5.2) utilizado en el collarín impermeable tipo A.

5.4.3 Pentóxido de fósforo (anhídrido fosfórico), P_2O_5 , grado comercial, para recubrir las perlas de vidrio usadas para secar el nitrógeno o el aire (5.2) cuando se utiliza el collarín impermeable tipo A.

6 APARATOS

6.1 Tubo de muestra con camisa. Consiste en un recipiente de vidrio sin recubrimiento de plata, de doble pared, similar a un recipiente Dewar; el espacio entre las dos paredes del tubo está lleno con aire o con nitrógeno seco, a presión atmosférica. La boca del tubo se tapa con un corcho a través del cual pasan el termómetro y un collarín a prueba de humedad por el cual pasa el agitador (véase figura 1).

6.2 Collarín del agitador. Consiste en un tubo de latón con un diseño como el que se muestra en la figura 2. Este tubo debe quedar bien ajustado dentro del corcho, y el espacio comprendido entre este tubo y el agitador, debe estar relleno con algodón absorbente, a fin de evitar la condensación de humedad en la muestra, como resultado de las bajas temperaturas alcanzadas en este ensayo. Se pueden utilizar también unos collarines impermeables, tales como los que se muestran en las figuras 3 y 4 en lugar del tubo de latón antes mencionado, con el fin de evitar la condensación.

NOTA 2.: Para el collarín mostrado en la figura 4, la fibra de vidrio se debe reemplazar cada cuatro ensayos. El agente desecante se debe renovar a intervalos no mayores de 3 meses o cuando el cambio de color indique que es inefectivo.

6.3 Agitador. El agitador se puede construir a partir de una varilla de latón o acero inoxidable de 1,6 mm de diámetro, la cual se dobla en su extremo inferior en forma de una espiral de tres vueltas. La agitación se puede efectuar manualmente o por medio de un agitador mecánico.

6.4 Termo para enfriamiento. Consiste en un recipiente de vidrio al vacío sin recubrimiento de plata y con las dimensiones mínimas que se muestran en la figura 1. Este recipiente se usa para contener un volumen adecuado de líquido de enfriamiento, y permitir la inmersión del tubo de muestra a la profundidad necesaria.

6.5 Termómetro. Se debe usar un termómetro tipo ASTM 114C/IP 14C, con una escala entre $-80^\circ C$ y $+20^\circ C$, con las especificaciones señaladas en la Norma Venezolana COVENIN 1898. La precisión del termómetro se debe verificar a las temperaturas de: $0^\circ C$, $-40^\circ C$, $-60^\circ C$ y $-75^\circ C$, según se indica en la Norma Venezolana COVENIN 1899.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 La muestra se toma según la Norma Venezolana COVENIN 950.

7.2 Se transfieren 25 ml $\pm$ 1 ml de combustible al tubo de muestra limpio y seco. Se tapa bien el tubo de muestra con el corcho que contiene el termómetro, el agitador, y el collarín a prueba de humedad.

7.3 Se ajusta la posición del termómetro de forma que el bulbo no toque las paredes del tubo y quede en el centro de la muestra. El bulbo del termómetro debe estar a una distancia entre 10 y 15 mm, con respecto al fondo del tubo de muestra.

7.4 Se deja caer una gota de alcohol por la varilla de agitación a fin de que se humedezca el algodón absorbente que se encuentra entre el collarín y la varilla de agitación.

7.5 Se ajusta bien el collarín dentro del corcho, pero cuidando que el agitador se pueda mover fácilmente.

7.6 El tubo de muestra se coloca lo más profundo posible en el recipiente vacío que se encuentra en el líquido de enfriamiento, cuidando que éste no alcance la altura del corcho.

7.7 La superficie de la muestra debe estar, aproximadamente, entre 15 y 20 mm por debajo del nivel del refrigerante. A menos que el medio se enfríe mediante refrigeración mecánica, añada dióxido de carbono seco a lo largo de la prueba (véase Nota 3), según sea necesario para mantener el nivel del refrigerante en el recipiente.

NOTA 3: Acetona, alcoholes metílicos, etílicos e isopropílicos también son apropiados como líquidos refrigerantes. Todos ellos deben manejarse con precaución. Para combustibles con punto de congelación menor de -65°C , también puede utilizarse nitrógeno líquido como refrigerante, en lugar de dióxido de carbono sólido. La refrigeración mecánica también es apropiada, y en este caso la temperatura del refrigerante debe estar entre -70 y -80°C .

Advertencia: No añada dióxido de carbono al nitrógeno líquido.

7.8 El combustible se agita constantemente, moviendo el agitador de arriba hacia abajo, a una tasa entre 1 y 1,5 ciclos/s, excepto en el momento de realizar las observaciones, y cuidando que el extremo en espiral del agitador, permanezca todo el tiempo por debajo de la superficie del combustible cuando se acciona hacia arriba (véase Nota 4) y se aproxime al fondo cuando se acciona hacia abajo.

NOTA 4: Si se hace difícil observar la aparición de los cristales, se puede retirar el tubo por periodos no mayores de 10 seg. (ej. los gases que se desprenden del líquido refrigerante pueden obstaculizar la visibilidad). Si los cristales ya se han formado, se debe anotar la temperatura y recalentar la muestra a 5°C por encima del punto al cual desaparecen los cristales. Luego, la muestra se debe volver a sumergir y dejar enfriar. La muestra se retira cuidadosamente, por encima de la temperatura anotada y se observa el punto en que aparece la cera.

7.9 No se debe tomar en cuenta cualquier turbidez que aparezca a aproximadamente -10°C y que no aumente en intensidad a medida que disminuye la temperatura, ya que esto es debido a la presencia de humedad en el combustible.

7.10 Se registra la temperatura a la cual aparecen los cristales de hidrocarburos como punto de cristalización (véase Nota 5).

NOTA 5: Se recomienda una fuente de luz difusa, fría, para ayudar en la detección de la formación y desaparición de los cristales.

7.11 Se saca el tubo de muestra del recipiente que contiene el líquido de enfriamiento.

7.12 Se permite que la muestra se caliente lentamente, agitando en forma continua a una tasa de 1 a 1.5 ciclos/seg.

7.13 Se registra la temperatura a la cual desaparecen completamente los cristales de hidrocarburo como el punto de congelación del combustible.

7.14 Si la diferencia entre las dos temperaturas (punto de congelación y cristalización), es mayor de 3°C , se repite el enfriamiento y el calentamiento hasta que la diferencia entre las dos temperaturas sea menor de 3°C .

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 Se corrige el punto de congelación observado, aplicando las correcciones pertinentes obtenidas después de efectuar las verificaciones indicadas en 6.5. Cuando el punto de congelación observado cae dentro de dos puntos de las temperaturas de calibración, se debe obtener la corrección de la temperatura observada por interpolación lineal. Se indica la temperatura corregida del punto de congelación con aproximación a 0,5°C.

NOTA 6: Cuando se desea expresar los resultados en grados Fahrenheit, los resultados obtenidos en grados Celsius se deben convertir al grado Fahrenheit entero más cercano. La mejor precisión se obtiene determinando puntos de congelación interinos para convertirlos a Fahrenheit.

8.2 Precisión. La precisión de este método se obtuvo mediante el examen estadístico de resultados interlaboratorios de 14 muestras de combustible que incluyeron Jet A, Jet A1, Jet B, JP-4 y JP-5, en el cual participaron 16 laboratorios, según se indica a continuación:

1) Repetibilidad, r

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos por el mismo analista, con el mismo aparato, bajo condiciones constantes de operación sobre una misma muestra, y con la aplicación normal y correcta de este método, excedería el siguiente valor sólo en un caso entre veinte:

$$r = 0,8^{\circ}\text{C}$$

2) Reproducibilidad, R

La diferencia entre dos resultados únicos e independientes, obtenidos por diferentes analistas, en diferentes laboratorios, sobre una misma muestra, y con la aplicación normal y correcta de este método, excedería el siguiente valor sólo en un caso entre veinte:

$$R = 2,3^{\circ}\text{C}$$

8.3 Desviaciones

Debido a que no existen mezclas de hidrocarburos líquidos de punto de congelación "conocido", que simulen los combustibles de aviación, no se ha establecido desviaciones para este método.

9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- Fecha de realización del ensayo
- Identificación del analista
- Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 881
- Identificación de la muestra
- Resultados parciales y/o finales

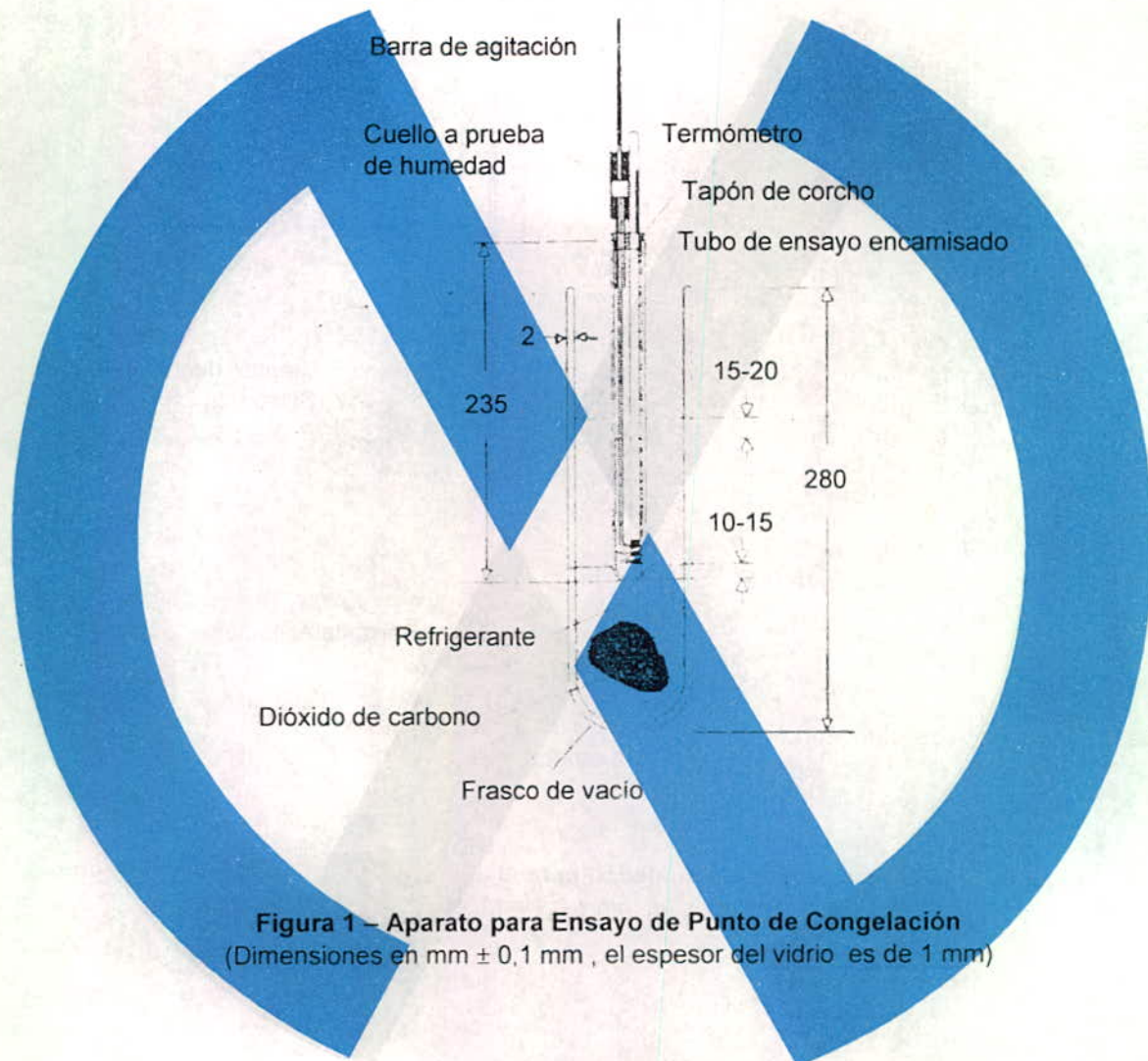
10 TIEMPO DE ANALISIS

- El tiempo requerido para la realización de un ensayo es 1 hora.
- Las horas hombre requeridas para la realización de un ensayo es de 1.

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 2386-97 Standard Test Method for Freezing Point of Aviation Fuels. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 05. 01, 2000

ISO 3013-1995 Petroleum Products-Freezing point of aviation fuels. International Organization for Standardization (Revision of first edition ISO 3013:1974), 1995.



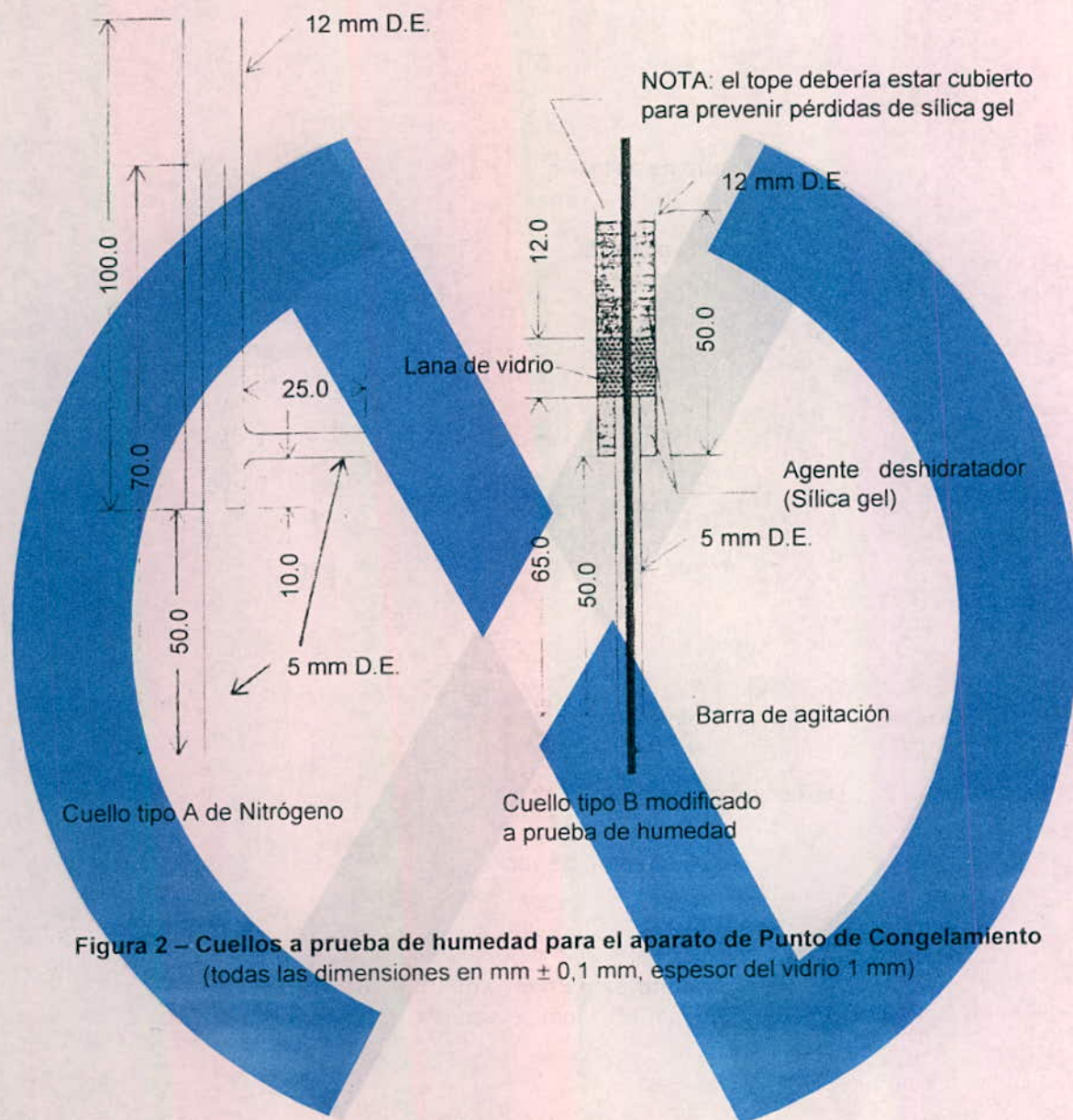


Figura 2 – Cuellos a prueba de humedad para el aparato de Punto de Congelamiento
(todas las dimensiones en mm $\pm$ 0,1 mm, espesor del vidrio 1 mm)

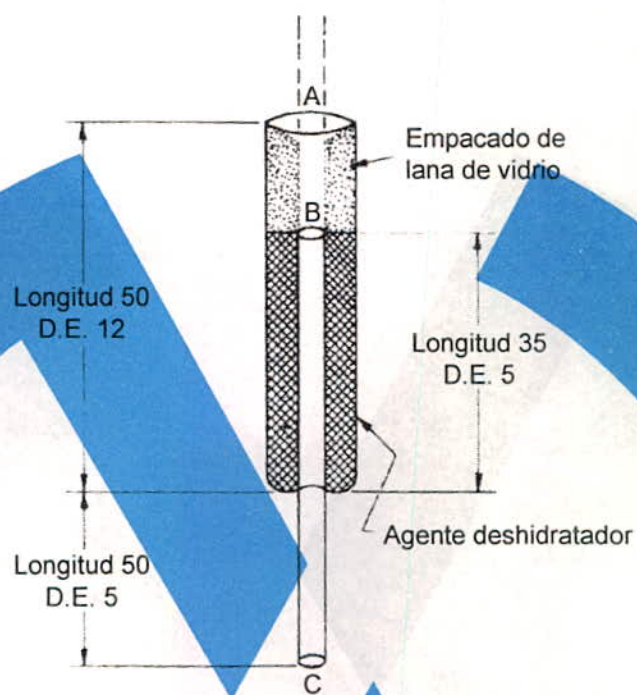


Figura 3 . Cuello a prueba de humedad, Tipo B

(Todas las dimensiones en mm. Este cuello de vidrio borosilicato esta empacado con agente deshidratador mesh N° 12 en la parte inferior hasta 5 mm de B. Entonces, con el agitador en su lugar, el cuello de lana de vidrio, impregnado con agente deshidratador de la misma talla es presionado sobre la junta hasta A. El empaque de lana de vidrio debe reemplazarse cada tres o cuatro corridas.

**COVENIN
881:2001**

**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: 75.160.20

ISBN: 980-06-2718-9

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

Descriptores: Combustible de aviación, punto de congelación.