
Norma Venezolana COVENIN



2879 - 92

**Aceites minerales aislantes . Determinación del
contenido de agua . Método Karl Fischer .**

CDU 621 . 315 . 615 . 2

ISBN 980 - 06 - 0895 - 8

Publicado por



CODELECTRA

TRAMITE

COMITE TECNICO CT-11 ELECTRICIDAD Y ELECTRONICA
PRESIDENTE: ING. LUIS FIGUEROA
VICE-PRESIDENTE: ING. GUILLERMO MARTINEZ
SECRETARIO: ING. ALICIA DE COLL

SUBCOMITE TECNICO CT-11/SC-9 MAQUINAS Y SUS COMPONENTES
COORDINADOR: ING. ALICIA DE COLL
LIC. ARANTZA BILBAO

ASISTENTES

C.A. DE ADMINISTRACION Y FOMENTO ELECTRICO (C.A.D.A.F.E.)	ING. OFELIA SUCRE ING. KERTIN RANGEL ING. BETRIZ CARMONA
C.A. LA ELECTRICIDAD DE CARACAS	ING. XAVIER GARRIDO ING. CAROLINA ARCILA ING. FRANCISCO FICARA
C.A. NACIONAL DE TELEFONOS DE VENEZUELA (C.A.N.T.V.)	ING. ROGER HIPPOLYTE
INDUSTRIAS CELTA	ING. OSCAR DOMINGO LIC. VENEZUELA COLMENARES
MEVENCA	ING. RAMON BETANCOURT
INDUSTRIAS LUBRICANTES CARK, C.A.	ING. JOSE LOPEZ
CAIVET	ING. ANTONIO VALENTINI
EDELCA	ING. RODRIGO REY
UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR	ING. MANUEL MARTINEZ
INELECTRA	ING. JOSE J. VASQUEZ
CAVEINEL	ING. GUILLERMO CAPRILES
CODELECTRA	ING. GUILLERMO MARTINEZ LIC. ARANTZA BILBAO

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 18-09-91
DURACION: 45 DIAS
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 26-02-92
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 08-04-92

NORMA VENEZOLANA
ACEITES MINERALES AISLANTES.
DETERMINACION DEL CONTENIDO
DE AGUA. METODO KARL FISCHER

COVENIN
2879-92

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

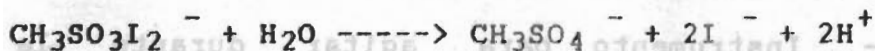
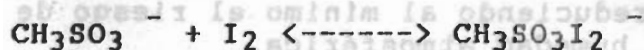
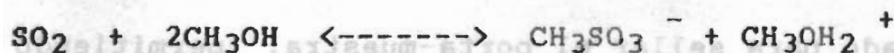
COVENIN 950-81 Muestreo de petróleo crudo y sus derivados.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana contempla el método de ensayo para la determinación del contenido de agua presente en aceites minerales aislantes, en concentraciones por debajo de 200 partes por millón (ppm).

3 PRINCIPIO DE ENSAYO

3.1 Este método de ensayo está basado en la reducción de iodo de acuerdo a la reacción tradicional de Karl Fischer. El mecanismo propuesto para esta reacción es:



3.2 En este método se utiliza un titulador automático junto con reactivos suministrados por el fabricante del equipo o disponibles comercialmente. Las instrucciones de operación del fabricante deberán ser seguidas en la instalación y operación. El equipo dispone de instrumentos adecuados, calibrados para transmitir una corriente conocida, la cual genera iodo que reaccionará con una cantidad de agua presente desconocida.

3.3 Las características eléctricas de un aceite aislante se ven afectadas por el contenido de agua. Un alto contenido de agua puede hacer a un aceite aislante inadecuado para algunas aplicaciones, debido al deterioro en sus propiedades dieléctricas tal como la rigidez dieléctrica.

3.4 Este método de ensayo es adecuado para ser usado en la aceptación, control de proceso y en la evaluación de las condiciones de aceites en servicio.

3.5 Diversos estudios han demostrado que el contenido de agua de una muestra de aceite aislante puede ser influenciada significativamente por el recipiente que la contiene, una muestra puede ganar o perder agua durante el almacenamiento en un recipiente de vidrio dependiendo del contenido de agua inicial de la muestra, de la forma en que se limpia y se seca el recipiente y el tiempo de almacenamiento antes del análisis. Para minimizar estos efectos, las muestras deberán ser colocadas en recipientes tan grandes como sea práctico, el espacio libre por encima de la muestra deberá mantenerse al mínimo y el tiempo de almacenamiento antes del análisis tan corto como sea posible. Además los recipientes de muestra deberán ser secados a temperaturas por encima de 110 °C y enjuagados con el líquido a ensayar antes de tomar la muestra. El efecto de los recipientes metálicos del contenido de agua en la muestra no ha sido estudiado.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 EQUIPO E INSTRUMENTOS

4.1.1 Titulador automático - Un equipo completo de titulación, empalmes, duo de electrodos de platino, generador y agitador magnético.

4.1.2 Septum - Usado para sellar el porta-muestra, permitiendo la introducción de la muestra y reduciendo al mínimo el riesgo de contaminación del sistema con la humedad atmosférica.

4.1.3 Agitador - Instrumento para agitar durante la titulación. Consistirá de un agitador magnético de 2 cm a 3 cm de longitud con una cubierta de vidrio o de tetrafluoruro de carbono. La barra deberá estar limpia, enjuagada en metanol, secada en un horno durante 2 horas a 125 °C y almacenada en un desecador, hasta ser usada. Para ensayos de rutina, en un sistema cerrado, no es necesario limpiar y secar nuevamente.

4.1.4 Jeringas para transferir, de 20 ml, 10 ml y 5 ml - Jeringas de vidrio provistas con una aguja de aproximadamente 1 mm de diámetro interno, para introducir la muestra en el recipiente de titulación. Las jeringas deberán ser secadas, por lo menos 1 hora, a una temperatura de 80 °C a 100 °C antes de ser usada.

4.1.5 Jeringa de 50 ml de capacidad - Para remover el exceso de solución del sistema de titulación, si el sistema no está provisto de un drenaje.

4.1.6 Jeringa de estandarización - de 10 µl o menos, deberá ser usada para la estandarización de la solución titulada o para chequear el instrumento.

4.1.7 Recipientes de muestras- pueden ser de metal, botellas de vidrio con tapas de teflón o con sellos de éste mismo material; los recipientes deberán ser secados antes de ser usados.

4.2 REACTIVOS Y MATERIALES

4.2.1 Todos los reactivos serán de grado analítico y preferiblemente sin piridina debido a su alta toxicidad.

4.2.1.1 Soluciones coulométricas para el generador y recipiente, disponibles comercialmente.

NOTA 1 En algunos casos es necesario utilizar mezclas de solventes para evitar resultados erróneos del contenido de agua debido a la alta viscosidad de ciertos aceites.

4.2.1.2 Solución neutralizadora - Una solución de metanol conteniendo aproximadamente 20 mg de agua por ml.

4.2.2 Grasa sellante Una grasa sellante de fluorocarbono deberá ser usada para proteger el sistema de la humedad atmosférica.

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material a ensayar consiste en muestras de aceite aislante cuyo muestreo se realizará de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 950, tratando de evitar la contaminación con agua proveniente de la atmósfera o del recipiente de muestra, se deberá evitar exponer la muestra al aire y el recipiente de la misma deberá estar limpio. Esto es muy importante en el muestreo de líquido con bajo contenido de agua y en condiciones de alta humedad.

NOTA 2: La temperatura del líquido en el momento del muestreo deberá ser registrada e incluida en el reporte final.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PREPARACION DE LOS EQUIPOS

6.1.1 Se limpia y se seca el recipiente de titulación, luego se ensambla utilizando grasa sellante.

6.1.2 Se llenan los reservorios de reactivo con los reactivos adecuados.

6.1.3 Se enciende el equipo y se permite que se estabilice.

6.1.4 Usando una jeringa, se añade lentamente la solución neutralizadora al recipiente de titulación hasta que el color cambie de marrón oscuro a color ambar y el equipo indique que ha sido añadida suficiente agua.

6.1.5 Se permite que el equipo se estabilice antes de ser usado.

6.1.6 Es deseable verificar el sistema de operación, usando aproximadamente la misma cantidad de agua que se va a valorar en la muestra. Esto es hecho con el fin de minimizar cualquier efecto del blanco o similar que puede estar presente, ya que se requiere para medir directamente, una cantidad muy pequeña. Es recomendable que la cantidad exacta de agua presente en una mezcla agua/alcohol sea determinada usando agua como standard. Las cantidades medidas de esta mezcla de agua/alcohol son entonces usadas para estandarizar los reactivos.

6.1.6.1 Para verificar que el sistema esté funcionando adecuadamente, se inyecta 1 μ l de agua ó 1 μ l a 10 μ l de la mezcla alcohol/agua directamente al recipiente de titulación, se pesa la jeringa antes y después de la adición con una aproximación de 0,1 mg con el fin de verificar el agua añadida.

6.1.6.2 Se titula el agua inyectada de acuerdo a las instrucciones del fabricante; la cantidad de agua inyectada deberá concordar con la lectura del instrumento.

6.1.6.3 Si el sistema no funciona adecuadamente, se consulta con las instrucciones del fabricante.

6.2 PREPARACION DE LA MUESTRA

El tamaño de la muestra está regido por el contenido de humedad esperado:

0 ppm a 10 ppm	20 ml de muestra
10 ppm a 50 ppm	10 ml de muestra
50 ppm o más ppm	5 ml de muestra.

NOTA 3: Algunos fabricantes de estos equipos establecen sus propias tablas para determinar el tamaño de la muestra de acuerdo al contenido de agua esperado.

6.3 ENSAYO

6.3.1 Utilizando una jeringa apropiada, ésta se enjuaga con el líquido a ser ensayado, luego se llena la misma hasta el volumen deseado, se pesa y se inyecta la muestra en el recipiente de titulación y después de la inyección se pesa nuevamente para determinar el peso de la muestra.

6.3.2 Se titula la muestra de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

6.3.3 Se remueve el exceso de muestra y reactivo del recipiente, si es necesario.

6.3.4 Se calcula la cantidad de agua de la muestra en la forma siguiente:

$$\text{contenido de agua, ppm} = A / B$$

A = Microgramos de agua, lectura del instrumento.

B = Peso de la muestra, gramos.

NOTA 4: Existen equipos de titulación automática que calculan directamente el contenido de agua, introduciéndole como dato la cantidad de muestra pesada; para esto se deberán seguir las instrucciones del fabricante.

6.4 PRECISION DE LOS RESULTADOS.

6.4.1 Repetibilidad: en un rango de 0 ppm a 50 ppm, con un 95 % de nivel de confianza, resultados de un mismo operador no deberán diferir en más de 3 %.

6.4.2 Reproducibilidad: En el rango de 0 ppm a 50 ppm, con un 95 % de nivel de confianza, resultados de un laboratorio a otro no deberán diferir en mas de 10 ppm.

7 INFORME

Se realizará un informe que deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 7.1 Fecha del ensayo y nombre de la persona que lo realizó.
- 7.2 Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN correspondiente.
- 7.3 Identificación de las muestras.
- 7.4 Resultados finales.
- 7.5 Determinación realizada con sus valores parciales y totales.

BIBLIOGRAFIA

ANSI/ASTM Method of test for water in insulating liquids (Karl
D 1533-88 Fischer Method) Edited by American National Standard
Institute. 1988. New York. USA.

C O D E L E C T R A
Comité de Electricidad
de Venezuela

Av. Río de Janeiro
Edf. Guaraní- 2do. Nivel
Oficina 3-A

(Al lado Rest. El Tinajero de los Helechos)

Telfs.: 91.63.82 - Fax. 91.75.89

Las Mercedes