



**PRODUCTOS DEL PETROLEO.  
DETERMINACION DE COMPUESTOS FENOLICOS.  
METODO ESPECTROFOTOMETRICO.**

Método Normalizado para la Industria Petrolera y Petroquímica

ISBN: 980-06-0958-X  
CDU: 662.75:543:547.56

---

DESCRIPTORES: Producto petrolífero, método espectrofotométrico, fenol.

Esta Norma coincide en todas sus partes con la Norma **PDVSA**



TRAMITE

COMITE TECNICO CT4:           PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS  
PRESIDENTE:           JESUS GONZALEZ ESCOBAR  
VICEPRESIDENTE:       GILBERTO ARAUJO  
SECRETARIA:           MARGARITA LAFRATTA  
SUBCOMITE TECNICO CT4/SC5:   METODOS DE ENSAYO  
COORDINADORA:         MARGARITA LAFRATTA

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTE</u>
CORPOVEN, S.A.	MARIA M. MARIÑAN VICTOR MORENO
INTEVEP, S.A.	GUILLERMO RODRIGUEZ YASMINA MUJICA
IPA	HELENA BENZ
LAGOVEN, S.A.	ALEJANDRO GUERRA BELKIS LOPEZ FRANCISCO CANZONERI
MARAVEN, S.A.	ISIDORO RODRIGUEZ RITA MEDINA
MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS DIRECCION MERCADO INTERNO	JESUS GONZALEZ E.
PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.	HERNANI MEINHARD

ENVIO A DISCUSION PUBLICA:

FECHA:           27-02-91  
DURACION:       60 DIAS  
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE:   16-07-92  
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN:   05-08-92

NORMA VENEZOLANA COVENIN  
PRODUCTOS DEL PETROLEO 2918-92  
DETERMINACION DE COMPUESTOS FENOLICOS  
METODO ESPECTROFOTOMETRICO

**1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR**

Esta Norma está completa.

**2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION**

2.1 Esta Norma Venezolana establece el procedimiento para la determinación de fenol y fenoles alquilos en soluciones de hidrocarburos. Es especialmente adecuado para corrientes aromáticas livianas de plantas de extracción de fenol y para crudos más pesados de plantas de extracción de aceites lubricantes. El procedimiento, tal y como se describe aquí, es aplicable al intervalo de 0,0005% (p/p) a 0,5% (p/p) de fenoles (5 a 5000) mg/L, pero se puede ampliar a concentraciones mayores con la selección apropiada de la cantidad de muestra.

2.2 El método generalmente es aplicable a fenoles y naftoles que tienen por lo menos una posición 1 ó 4 no sustituida, y dependiendo de su estructura, también se pueden determinar algunos inhibidores tipo fenólico. Otros grupos orgánicos funcionales, agua, ácidos minerales, bases fuertes o sales inorgánicas no interfieren. Sin embargo, los materiales altamente coloreados pueden interferir.

**3 RESUMEN DEL METODO**

La muestra se extrae con una solución de hidróxido de potasio y se le agrega ácido acético glacial, solución de nitrito de sodio y ácido sulfúrico para formar el nitrosfenol que, con la adición de solución de hidróxido de amonio forma el derivado quinonoide coloreado. La absorbancia de esta solución se mide a una longitud de onda de 420 nm y el contenido de fenol se obtiene a partir de una curva de calibración previamente preparada.

**4 EQUIPOS**

ESPECTROFOTOMETRO. Adecuado para medir a una longitud de onda de 420 nm y celdas con una longitud de paso de 20 mm.

**5 REACTIVOS Y MATERIALES**

5.1 ACIDO ACETICO GLACIAL, P.A.

5.2 HIDROXIDO DE AMONIO, 11% (p/p), ALCOHOLICO. Se mezclan 450 mL de alcohol isopropílico P.A. (2-propanol) con 300 mL de hidróxido de amonio concentrado P.A. 25% (p/p) (densidad 0,90 g/mL) y 250 mL de agua.

/2

5.3 ISOCTANO. (2,2,4 - trimetilpentano).

5.4 SOLUCION DE HIDROXIDO DE POTASIO. 10% (p/p) acuosa.

5.5 DILUYENTES. Se extrae 1 L de isooctano, con 2 porciones de 100 mL cada una de hidróxido de potasio 10% (m/m) y se desecha la fase acuosa. Se lava la capa de hidrocarburo con 100 ml de agua, se filtra a través de un papel de filtro seco.

5.6 SOLVENTES DE REACCION. Se prepara 1 L de solvente mezclando 800 mL de ácido acético glacial, 150 mL de solución de hidróxido de potasio 10% (p/p) y 50 mL de agua.

5.7 SOLUCION PATRON DE FENOL. 1000 mg/L: Se pesa (1,00 ± 0,01) g de p-cresol (4-metilfenol; pureza mínima 98% (p/p)) en un balón volumétrico de 1 L (PRECAUCION: el p-cresol y otros fenoles son irritantes, pueden causar quemaduras y representan un peligro para la salud si se usan incorrectamente. Se debe evitar el contacto con la piel usando la protección personal adecuada. Se debe evitar la inhalación). Se diluye hasta la marca con solvente de reacción, se homogeneiza y se conserva la solución en un refrigerador.

5.8 SOLUCION PATRON DE FENOL. 100 mg/L: En un balón volumétrico de 100 mL se transfieren 10 mL de la solución patrón de fenol de 1000 mg/L, se afora con solvente de reacción y se homogeneiza.

5.9 SOLUCION SATURADA DE NITRITO DE SODIO.

5.10 ACIDO SULFURICO. ( $H_2SO_4$ ), concentrado (p.e. 1,84).

5.11 MATERIAL DE VIDRIO.

## 6 PROCEDIMIENTOS

6.1 CALIBRACION.

6.1.1 Usando una microbureta o pipeta de 10 mL se introducen exactamente (1,0; 2,0; 3,0; 4,0; y 5,0) mL de la solución patrón de fenol de 100 mg/L en balones volumétricos separados y secos de 50 mL. Se agrega suficiente solvente de reacción para llevar el volumen de cada balón a 5 mL. Se prepara un blanco transfiriendo con pipetas 5 mL de solvente de reacción a un sexto balón volumétrico de 50 mL.

6.1.2 Se siguen los procedimientos descritos en 6.2.5 y 6.2.6.

6.1.3 Se corrigen las absorbancias medidas para las soluciones de calibración de fenol restándoles la absorbancia del blanco. Se grafican las absorbancias corregidas en función de las respectivas concentraciones de las soluciones de calibración de fenol (2,0; 4,0; 6,0; 8,0 y 10,0) mg/L.

## 6.2 TECNICA DE ENSAYO.

6.2.1 Se introducen 10 mL de solución de hidróxido de potasio 10% (p/p) en un embudo separador cónico de 100 mL y se agregan los volúmenes recomendados de muestra y diluyentes dados en la Tabla 1. Si la muestra tiene un contenido de fenol mayor de 0,5% (p/p), se pesa una cantidad menor de muestra, se convierte a volumen y se agrega, con aproximación a 1 mL, suficiente diluyente como para hacer un volumen total de 50 mL.

6.2.2 Se tapa el embudo separador y se agita durante 5 min. Se deja que la mezcla se separe hasta que se hayan formado dos capas distintas, luego, con cuidado, se extrae la capa inferior en un balón volumétrico de 100 mL. Se agrega una segunda porción de 5 mL de solución de hidróxido de potasio 10% (p/p) al embudo separador, se agita la mezcla durante 5 min más y se deja que se separen las fases, extrayendo la capa inferior en el mismo balón volumétrico. Se agregan 5 mL de agua al embudo separador, se agita durante 2 min, se deja reposar durante 5 min o más y, después de la separación de las capas, se extrae la capa acuosa en el balón volumétrico que contiene los dos extractos previos de hidróxido de potasio.

6.2.3 Mientras se enfría en agua con hielo, se agrega con cuidado suficiente ácido acético glacial a los extractos combinados en el balón para obtener un volumen total de aproximadamente 95 mL. Posteriormente, se deja que el contenido del balón alcance temperatura ambiente y se ajusta el volumen a exactamente 100 mL con la adición de ácido acético glacial.

6.2.4 Usando una pipeta adecuada, se toma una alícuota entre 1 mL y 5 mL, que contenga, de ser posible, entre 0,05 mg y 0,5 mg de fenoles y se transfiere la alícuota a un balón volumétrico seco de 50 mL. Se agrega suficiente solvente de reacción para obtener un volumen total de 5 mL.

6.2.5 Usando una pipeta de goteo, se agregan 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado y 2 gotas de solución saturada de nitrito de sodio al balón volumétrico. Se deja reposar la mezcla durante 15 min ó 30 min (30 min a 45 min si el fenol presente es hidroxibenceno), luego, mientras se enfría en agua con hielo, se afora con cuidado, con solución alcohólica de hidróxido de amonio.

NOTA 1. Se obtendrán resultados erróneos si la solución no se mantiene fría durante la adición de la solución alcohólica de hidróxido de amonio.

6.2.6 Se deja reposar la solución final durante 30 min ó 60 min, luego se mide la absorbancia de la solución a una longitud de onda de 420 nm utilizando agua como referencia en una celda de 20 mm.

6.2.7 Se hace una determinación de blanco siguiendo el procedimiento que se describe en 6.2.1 a 6.2.6 sustituyendo la muestra por 50 mL de diluyente.

## 7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Se corrige la absorbancia de la muestra restándole la absorbancia del

blanco y se lee la cantidad de fenoles en mg/L en el gráfico de calibración.

7.2 El contenido de fenoles de la muestra, expresado en % p/p o mg/L, se calcula por medio de una de las siguientes ecuaciones:

$$\text{Fenoles, \% (p/p)} = \frac{A \times V_4 \times V_2}{10^4 \times V_3 \times V_1 \times \rho} = \frac{A}{2 \cdot V_3 \times V_1 \times \rho}$$

$$\text{Fenoles, mg/L} = \frac{A \times V_4 \times V_2}{V_3 \times V_1} = \frac{5000A}{V_3 \times V_1}$$

donde:

A = concentración de fenoles obtenida del gráfico de calibración, mg/L.

V<sub>1</sub> = volumen de muestra, mL.

V<sub>2</sub> = volumen al cual, después de la extracción se aumenta la muestra (6.3), 100 mL.

V<sub>3</sub> = volumen de alicuota tomada del matraz de 100 mL (6.4), mL.

V<sub>4</sub> = volumen de solución final (6.5), 50 mL.

ρ = densidad de la muestra original (6.8), g/mL.

## 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 con la Norma Venezolana COVENIN 2918.
- 8.4 Identificación de la muestra.
- 8.5 Resultados parciales y/o finales.

## 9 PRECISION

Para juzgar la aceptabilidad de los resultados se deben usar los siguientes criterios (95% de confianza).

**REPETIBILIDAD.** Los resultados duplicados obtenidos por el mismo operador se considerarán sospechosos si difieren entre sí en más de 10% de su promedio o 0,0005 % (p/p), la cifra que sea mayor.

10 TIEMPO DE ANALISIS

10.1 El tiempo requerido para la realización de un análisis es de 2,5 h.

10.2 Las horas-hombre requeridas para realizar un análisis son 0,5.

BIBLIOGRAFIA

SMS 246 Phenolic Compounds in Petroleum Products. Colorimetric Nitrosophenol Method. Shell Standard Methods.

0	02	021	210,0
04	01	008	80,0
04	2	000	0,0

TABLA 1. Volúmenes recomendados de muestra

Contenido de fenoles		Volumen de muestra (mL)	Volumen de diluyente (mL)
% (p/p)	mg/L		
Menos de 0,015	Menos de 150	50	0
0,015 a 0,08	150 a 800	10	40
0,08 a 0,5	800 a 5000	2	48





**CUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE NORMA DEBERA SER AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO.**

**Impreso en INTEVEP, S.A.**