
Norma Venezolana COVENIN



2987-93

Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN)

**ACEITES LUBRICANTES.
DETERMINACION DE LA ESTABILIDAD A LA OXIDACION
EN ACEITES PARA TURBINAS**

Método Normalizado para la Industria Petrolera y Petroquímica

ISBN: 980-06-1060-X
CDU: 665.76:66.094.3:621.438

DESCRIPTORES: Lubricante, oxidación, estabilidad, aceite mineral, ensayo de estabilidad.

Esta Norma coincide en todas sus partes con la Norma PDVSA



5043

TRAMITE

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

PARTICIPANTES

ENTIDAD

CORPOVEN, S.A.

INTEVEP, S.A.

LAGOVEN, S.A.

MARAVEN, S.A.

MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS

PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.

REPRESENTANTE

JULIO SERRA
VICTOR MORENO
RAMIRO GONZALEZ
WILMER PEÑA

GUILLERMO RODRIGUEZ
MENCIA DE LA ROSA
RODRIGO MARQUEZ

ALEJANDRO GUERRA
FRANCISCO CANZONERI

VIRGILIO ZAPATA
FRANCISCO PEÑA
ISIDORO RODRIGUEZ

JESUS GONZALEZ ESCOBAR

HERNANI MEINHARD

ENVIO A DISCUSION PUBLICA

FECHA: 07-02-92

DURACION: 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 18-01-93

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 10-02-93

NORMA VENEZOLANA
ACEITES LUBRICANTES
DETERMINACION DE LA ESTABILIDAD A
LA OXIDACION EN ACEITES PARA TURBINAS

COVENIN
2987-93

INTRODUCCION

Este método de ensayo es utilizado para evaluar la estabilidad a la oxidación en los aceites para turbinas en presencia de oxígeno y catalizadores solubles de hierro y cobre.

La estabilidad a la oxidación se determina a partir de los resultados obtenidos del proceso de oxidación, mediante los parámetros de acidez soluble, acidez volátil y sólidos totales, los cuales permiten el cálculo del porcentaje de productos totales de oxidación (PTO).

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 878-83 Determinación del número de neutralización por titulación usando indicador de color

COVENIN 1898-82 Especificaciones para termómetros

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece un método para la determinación de la estabilidad a la oxidación de los aceites minerales para turbinas. También puede ser utilizado para estimar la resistencia a la oxidación de otro tipo de lubricantes formulado con aceites minerales.

3 DEFINICIONES

PRODUCTOS TOTALES DE OXIDACION (PTO).

Es el valor que representa un estimado de los productos totales de oxidación y la relación entre los parámetros de evaluación del proceso de oxidación: acidez volátil, acidez soluble y sólidos totales, el cual se calcula mediante la ecuación dada en 8.4.

4 RESUMEN DEL METODO

La muestra a ensayar se mezcla con una pequeña cantidad de catalizadores solubles de hierro y cobre, se mantiene un flujo constante de oxígeno sobre la muestra a temperatura constante, durante 168 h. Los productos totales de oxidación se calculan a partir de la acidez del agua destilada donde se recolectaron por burbujeo los productos volátiles de oxidación (acidez volátil), la acidez del aceite (aceite soluble) y de los sólidos obtenidos

/2

por filtración.

5 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

5.1 BAÑO DE CALENTAMIENTO DE BLOQUE. De aleación de aluminio (véase figura 1) o un baño de aceite termostáticamente controlado para mantener la temperatura a $120^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

5.2 TUBOS DE OXIDACION Y ABSORCION. Como se muestra en la figura 2.

5.3 CRISOLES DE FILTRACION TIPO GOOCH. Con disco de vidrio de porosidad entre 5 micras y 15 micras y capacidad de 35 mL.

5.4 CAPSULAS DE PORCELANA. Con capacidad de 50 mL.

5.5 BURETA. De 10 mL con graduaciones cada 0,01 mL.

5.6 TERMOMETROS. COVENIN 41C y COVENIN 9C (véase Norma Venezolana COVENIN 1898).

6 REACTIVOS

6.1 SOLUCION DE NAFTENATO DE COBRE. Con un contenido de 1% de cobre.

6.2 SOLUCION DE NAFTENATO DE HIERRO. Con un contenido de 1% de hierro.

6.3 OXIGENO. Con una pureza de 99,4%.

6.4 SOLUCION DE AZUL DE BROMOFENOL. De 2 g/100 mL.

6.5 SOLUCION DE FENOLFTALEINA. De 1 g/100 mL en solución alcohólica.

6.6 N-HEPTANO. Grado reactivo (véase nota 1).

6.7 ACIDO CLORHIDRICO (HCl). Solución acuosa 0,1 N.

6.8 HIDROXIDO DE POTASIO (KOH). Solución alcohólica 0,1 N.

6.9 TOLUENO (C₇H₈). Grado reactivo (véase nota 1).

6.10 CLOROFORMO (CH₃ Cl). Grado reactivo (véase nota 1).

6.11 ETANOL (C₂H₅OH). Grado reactivo (véase nota 1).

6.12 ACETONA. Grado reactivo (véase nota 1).

6.13 ACIDO SULFURICO (H₂SO₄), concentrado (d.r. 1,86).

6.14 NITRATO DE COBALTO (Co (NO₃)₂ x 6 H₂O) solución al 10%.

NOTA 1. Precaución: inflamable, manténgase alejado del calor, chispas y llama abierta. El recipiente se debe mantener cerrado. Se debe usar con ventilación adecuada, evitando su inhalación y contacto con la piel.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 LIMPIEZA DE LOS TUBOS DE OXIDACION.

Los tubos se lavan con acetona y luego con agua destilada, se escurren y se remojan en ácido sulfúrico concentrado por un mínimo de 16 h, luego se elimina totalmente el ácido lavándolos con agua del grifo primero y después con agua destilada, se secan en un horno a $110^{\circ}\text{C} + 5^{\circ}\text{C}$ y se dejan enfriar a temperatura ambiente.

7.2 Se pesan en un vaso de precipitados 30 g de la muestra a ensayar y la cantidad necesaria de naftenato de hierro y cobre para alcanzar una concentración de 20 ppm de cada uno de ellos. Se calienta la mezcla a $40^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ durante 5 min en una plancha de calentamiento con agitación magnética, se agita mientras se calienta la muestra, luego se deja enfriar a temperatura ambiente.

7.3 Se pesan 25 g de la mezcla en el tubo de oxidación y se coloca en el baño de calentamiento a $120^{\circ}\text{C} + 0,5^{\circ}\text{C}$ (figura 1), se conecta el tubo de oxidación con el tubo de absorción (figura 2), en el que se han colocado 25 mL de agua destilada y 5 ó 6 gotas de fenolftaleína. Se regula el flujo de oxígeno en $(1 + 0,1)$ L/h, el cual se debe verificar diariamente al igual que la temperatura, durante el período de prueba de 164 h.

7.4 Al finalizar las 164 h, se detiene el flujo de oxígeno, se desconectan los tubos de oxidación y absorción y se retira el tubo de oxidación del baño de calentamiento.

7.5 El contenido del tubo de absorción se valora lo más rápido posible con la solución alcohólica de hidróxido de potasio hasta el viraje de la fenolftaleína, luego se calcula la acidez volátil.

7.6 La muestra de aceite se deja enfriar a temperatura ambiente y luego se vierte a un matraz cónico de 500 mL de capacidad con tapa de vidrio esmerilado. Se recupera el aceite que quede adherido al tubo de ensayo y en la varilla dispensadora de oxígeno con 300 mL de n-heptano, los lavados se recolectan en el matraz junto con el aceite. Se deja reposar la mezcla en la oscuridad durante 24 h a temperatura ambiente, luego se filtra a través del crisol de filtración previamente pesado. Se eliminan cuidadosamente todas las trazas de aceite lavando los sólidos con 150 mL de n-heptano. Se seca el crisol a 110°C y se calculan los sólidos totales. El filtrado se guarda para la determinación de la acidez soluble.

7.7 Los sedimentos que aún persistan en el tubo de ensayo y en la varilla dispensadora de oxígeno se disuelven con pequeñas cantidades de cloroformo

y se transfieren estos lavados a una cápsula de porcelana previamente pesada, luego se evapora el cloroformo, se seca la cápsula de porcelana y se pesa.

7.8 La solución de n-heptano obtenida después de filtrar los sólidos (véase 7.6) se completa hasta un volumen de 500 mL. Se prepara entonces el solvente de titulación agregando 2 mL de azul de bromofenol, a 100 mL de la mezcla de 60 mL de tolueno y 40 mL de etanol, se neutraliza con hidróxido de potasio hasta obtener un color rojo comparable con el de una solución al 10% de nitrato de cobalto que permanezca por espacio de 15 s. Este solvente neutralizado se mezcla con 100 mL de solución heptano-aceite obtenida luego de filtrar y se valora con hidróxido de potasio alcohólico, luego se calcula la acidez soluble.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 La acidez volátil, expresada en mg KOH/g, se calcula de la siguiente forma:

$$AV = \frac{V \times N \times 56,1}{25}$$

donde:

AV = Acidez volátil, mg KOH/g.

V = Volumen de KOH alcohólico utilizado para obtener el punto final en la valoración, mL

N = Normalidad del KOH.

8.2 Los sólidos totales, expresados en % (p/p), se calculan de la siguiente forma:

$$ST = (A + B) \times 4$$

donde:

ST = Sólidos totales, % (p/p).

A = Peso de los sólidos insolubles en la solución n-heptano aceite, g

B = Peso de los sólidos recuperados con cloroformo, g.

8.3 La acidez soluble, expresada en mg KOH/g, se calcula de la siguiente forma:

$$AS = \frac{V \times N \times 56,1}{5}$$

donde:

AS = Acidez soluble, mg KOH/g.

V = Volumen de KOH necesario para obtener el punto final en la titulación, mL

N = Normalidad del KOH

8.4 Los productos totales de oxidación, expresados en % (p/p), se calculan de la siguiente manera:

$$\text{Producto total de oxidación} = \text{ST} + \frac{180 (\text{AS} + \text{AV})}{561}$$

donde:

ST = Sólidos totales, % (p/p)

AS = Acidez soluble, mg KOH/g

AV = Acidez volátil, mg KOH/g

9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

9.1 Fecha de realización del análisis.

9.2 Nombre del analista.

9.3 Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 2987.

9.4 Identificación de la muestra.

9.5 Resultados parciales y/o finales.

10 PRECISION

REPETIBILIDAD. Resultados hechos por duplicado se considerarán satisfactorios si la diferencia entre ellos, cuando son expresados como un porcentaje de su media, no es mayor a los valores mostrados en la tabla 1.

REPRODUCIBILIDAD. Valores provenientes de dos laboratorios diferentes se considerarán satisfactorios siempre que su diferencia, expresada como un porcentaje de su media, sea menor a los valores mostrados en la tabla 1.

11 TIEMPO DE ANALISIS

11.1 El tiempo estimado para la realización de un análisis es 240 h.

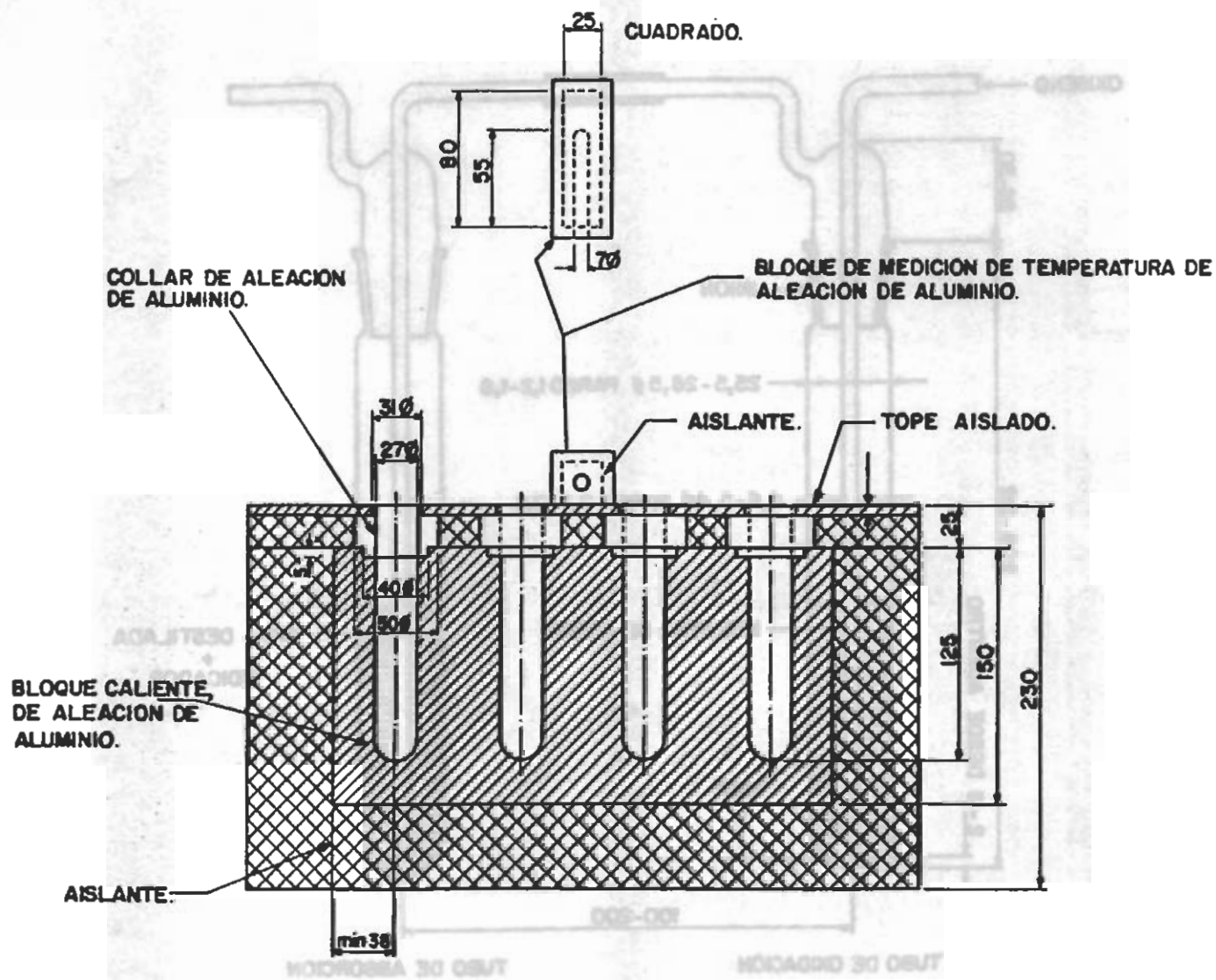
11.2 Las horas-hombre estimadas para la ejecución de un análisis son 72.

BIBLIOGRAFIA

IP 280-89 Oxidation Stability of Inhibited Mineral Turbine Oils. IP Standards for Petroleum and its Products. Methods for Analysis and Testing. Part 2. London. 1989.

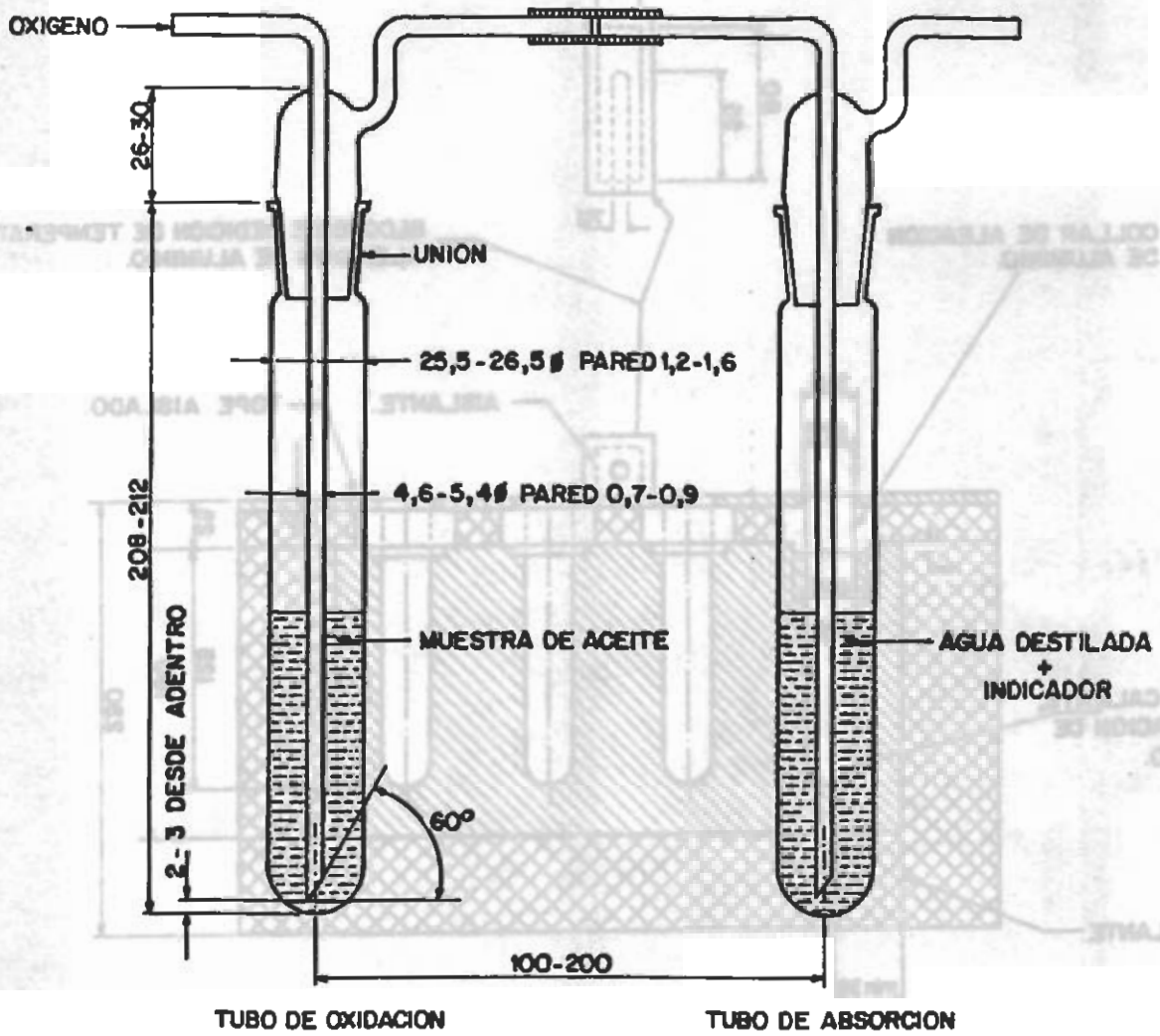
TABLE 1
VALORES TIPICOS OBTENIDOS DE PRECISION

Acidez total, mg KOH/g Resultado promedio	Repetibilidad	Reproducibilidad
x	$0,228x^{0,8}$	$0,747x^{0,8}$
0,5	0,13	0,43
1,0	0,22	0,74
2,0	0,40	1,30
4,0	0,69	2,26
6,0	0,95	3,13
8,0	1,20	3,94
10,0	1,43	4,71
Sedimentos totales, % (p/p) Resultado promedio		
x	$0,283x^{0,666}$	$0,821x^{0,666}$
0,05	0,03	0,11
0,1	0,06	0,17
0,2	0,09	0,28
0,5	0,17	0,51
1,0	0,28	0,82
2,0	0,45	1,30
3,0	0,58	1,70
Total productos de oxidación, % (p/p) Resultado promedio		
x	$0,192x$	$0,685x$
0,25	0,04	0,17
0,50	0,09	0,34
1,00	0,19	0,68
2,00	0,38	1,37
4,00	0,76	2,74
5,70	1,09	3,90



TODAS LAS MEDIDAS ESTAN EN mm.

Fig1: Baño de calentamiento de bloque.



TODAS LAS MEDIDAS ESTAN EN mm.

Fig2: Tubos de oxidación y absorción.



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

Impreso en INTEVEP, S.A.