
Norma Venezolana COVENIN



3011-93

Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN)

**HIDROCARBUROS AROMATICOS.
DETERMINACION DEL COLOR DE LAVADO ACIDO.**

Método Normalizado para la Industria Petrolera y Petroquímica

ISBN: 980-06-1111-8
CDU: 661.715:547.912

DESCRIPTORES: Hidrocarburo aromático, color, lavado, ácido, benceno, tolueno, xileno, disolvente.

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



8018

TRAMITE

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

PARTICIPANTES

ENTIDAD	REPRESENTANTES
CORPOVEN, S.A.	FRANCISCO PAEZ WILMER PEÑA
INTEVEP, S.A.	GUILLERMO RODRIGUEZ REBECA FRAILE YASMINA MUJICA
LAGOVEN, S.A.	ALEJANDRO GUERRA
MARAVEN, S.A.	ISIDORO RODRIGUEZ
MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS	JESUS GONZALEZ ESCOBAR
PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.,	HERNANI MEINHARD

FECHA A DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO:	07.08.92
DURACION:	30 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE:	11.05.93
------------------------------------	----------

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN:	09.06.93
-------------------------------------	----------

NORMA VENEZOLANA COVENIN
HIDROCARBUROS AROMATICOS. 3011-93
DETERMINACION DEL COLOR DE LAVADO ACIDO

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 3009-93 Especificaciones de agua para reactivo.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método para la determinación del color de lavado ácido de benceno, tolueno, xileno, solventes refinados e hidrocarburos aromáticos industriales similares.

3 DEFINICIONES

COLOR DEL LAVADO ACIDO (CLA). Es el color desarrollado en la fase separada cuando se agita la muestra con ácido sulfúrico bajo las condiciones descritas en este método.

4 RESUMEN DEL METODO

En un recipiente previamente lavado con ácido sulfúrico de una concentración correspondiente al tipo de muestra, se añaden 7 mL de este ácido y suficiente muestra hasta un volumen de 28 mL. Se tapa el recipiente y se agita 50 veces por un tiempo de 40 s a 50 s; se deja reposar el recipiente, protegido de la luz solar directa, por un período que depende del tipo de muestra (para los productos benceno, tolueno y xileno (B.T.X.), y otros aromáticos del grupo 1 (véase tabla 1) el tiempo es de 15 min y para el xileno grado industrial y la nafta disolvente refinada del grupo 2 (véase tabla 1), es de 5 min; para ambos grupos la concentración es de 96%), y se compara el color de la capa ácida con el de los colores patrones. Para el grupo 1 se deben observar los colores de ambas capas.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

Todos los reactivos deben ser de grado analítico.

5.1 AGUA DESTILADA. Toda referencia que se haga al agua se entenderá como agua tipo I o II, según la Norma Venezolana COVENIN 3009

5.2 CLORURO DE COBALTO HEXAHIDRATADO ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

5.3 CLORURO FERRICO HEXAHIDRATADO ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

5.4 ACIDO CLORHIDRICO (1 + 39). Se mezclan 25 mL de ácido clorhídrico (de 31% p/p HCl) con 975 mL de agua.

5.5 CROMATO DE POTASIO (K_2CrO_4).

5.6 DICROMATO DE POTASIO ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

5.7 ACIDO SULFURICO (H_2SO_4), 96,0% \pm 0,5% p/p

5.8 ACIDO SULFURICO (H_2SO_4), 78,0% \pm 0,5% p/p.

5.9 RECIPIENTES PARA LOS COLORES PATRONES. Deben estar limpios y sin manchas, ser transparente e incoloros, de fondo cuadrado y plano, de cristal o vidrio, con tapones de vidrio. Los recipientes deben enumerarse consecutivamente desde 0 hasta 14.

5.10 RECIPIENTES PARA LOS ENSAYOS. Deben ser exactamente como los descritos en el párrafo anterior, excepto que cada botella debe rotularse para volúmenes de 7 mL y 28 mL. Los cilindros deben rotularse solamente a 28 mL. No deben usarse creyones o marcadores para hacer los rotulos.

NOTA 1. Deben usarse equipos protectores y trabajar bajo campana cuando se manejen ácidos fuertes.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 LIMPIEZA DE LOS RECIPIENTES. Los recipientes se limpian con una solución ligeramente caliente de ácido crómico para limpieza (solución "sulfocrómica"), se lavan con agua corriente seguido de agua destilada, y se secan en una estufa a 105°C por 1 h. Igualmente se limpia todo el material de vidrio que va a ser usado.

6.2 PREPARACION DE COLORES PATRONES DE REFERENCIA.

6.2.1 Soluciones madres. Se deben preparar las siguientes soluciones de reactivos para utilizarlas en la preparación de los colores patrones de referencia:

Solución A. Se disuelven 59,50 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en HCl (1 + 39) y se enrasa esta misma solución a un litro en un matraz aforado.

Solución B. Se disuelven 45,054 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en HCl (1 + 39) y se enrasa esta solución a un litro en un matraz aforado.

Solución C. Se mezclan 3 1/2 partes en volumen de solución A con 36 1/2 partes en volumen de solución B y se diluye la mezcla con 90 partes en volumen de agua destilada.

Solución D. Se mezclan 3 1/2 partes en volumen de solución A con 36 1/2 partes en volumen de solución B.

Solución E. Se prepara una solución acuosa de K_2CrO_4 saturada a 21°C.

Solución F. Se prepara una solución acuosa de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ saturada a 21°C y se diluye con igual volumen de agua que el utilizado para saturar la solución.

6.2.2 Soluciones de colores de referencia. Se preparan las soluciones de colores patrones de referencia que tengan las siguientes composiciones, enumeradas del 0 al 14.

No. 0: Agua.

No. 1: 1 volumen de solución C + 1 volumen de agua.

No. 2: 5 1/2 volúmenes de solución C + 2 volúmenes de agua.

No. 3: Solución C.

No. 4: 1 volumen de solución D + 1 volumen de agua.

No. 5: 5 1/2 volúmenes de solución D + 2 volúmenes de agua.

No. 6: Solución D.

No. 7: 5 volúmenes de solución E + 2 volúmenes de agua destilada.

No. 8: Solución E.

No. 9: 7 volúmenes de solución E + 1/2 volumen de solución F.

No. 10: 6 1/2 volúmenes de solución E + 1 volumen de solución F.

No. 11: 5 1/2 volúmenes de solución E + 2 volúmenes de solución F.

No. 12: 1 volumen de solución E + 1 volumen de solución F.

No. 13: 2 volúmenes de solución E + 5 volúmenes de solución F.

No. 14: Solución F.

6.2.3 Preparación de los recipientes. Se lava el recipiente No. 0 y su tapa de vidrio tres veces con agua destilada, se llena y se tapa. Se lava el recipiente No. 1 y su tapa tres veces con la solución patrón del color de referencia No. 1, se llena con esta solución y se tapa. De esta forma, se preparan todos los recipientes para los colores patrones desde el "0" hasta el "14", según la composición correspondiente dada en el párrafo anterior.

Cuando se llenen las botellas de fondo cuadrado, se dejan 6 mm de espacio de vapor debajo del cuello de la botella, y se sella cada recipiente con parafina para prevenir pérdidas por evaporación o filtración.

6.3 TECNICA DE ENSAYO.

6.3.1 Se lava un recipiente para ensayo dos veces con ácido de la concentración en la tabla 1 para el tipo de muestra a ser ensayada (véase nota 2). Se desecha el líquido y se llena el recipiente con el ácido hasta el rótulo de 7 mL. Se añade suficiente muestra para alcanzar un volumen total de 28 mL (véase nota 3). Se tapa el recipiente y se agita vigorosamente con un recorrido de 12 cm a 25 cm, agitando un total de 50 veces por un período de 40 s a 50 s, o sea a una velocidad de 3 a 3,75 veces/s (ciclos / s).

NOTA 2. Advertencia. El ácido sulfúrico concentrado puede causar quemaduras severas en contacto con la piel. Como precaución, el recipiente de ensayo se debe envolver con una toalla o meterse en una bolsa plástica durante el período de agitación.

NOTA 3. Si la temperatura del laboratorio está por encima de 29°C se debe mantener la muestra ácida y los colores patrones de referencia a una temperatura entre 25°C y 29°C durante el ensayo, y se debe aislar el recipiente con una toalla durante el período de agitación.

6.3.2 Se deja reposar el recipiente, protegido de la luz solar directa, por el período mostrado en la tabla 1. Sin ninguna demora, se invierte el recipiente suavemente una o dos veces para obtener un color uniforme en la capa ácida y se compara el color de la capa ácida con el de los patrones. Se debe hacer la comparación contra un fondo blanco o una luz fluorescente, usando luz transmitida (véase nota 4). Cuando se ensayen muestras del grupo 1 (véase tabla 1), se debe observar el color de la capa orgánica (hidrocarburo), así

como también el de la capa ácida.

NOTA 4. La comparación de los resultados se puede mejorar usando un comparador de color de forma apropiada para observar el color de la capa ácida.

6.3.3 El color de la capa ácida se debe designar por el número de patrón más cercano por comparación, seguido de un signo más (+) o un signo menos (-) si la muestra es más oscura o más clara, respectivamente, que el patrón. Se debe despreciar cualquier diferencia de matiz y se debe determinar solo si el color de la capa ácida es más oscuro o más claro que el color del patrón de referencia con el cual la muestra se corresponde más cercanamente. Si el matiz del color ácido es diferente del matiz del patrón de referencia, se registra el número del color seguido por (X). Así, No. 4-(X) significa que el ensayo de color del lavado ácido es ligeramente más claro que el color patrón de referencia No. 4 y que el matiz de este patrón no es el mismo que el de la capa ácida.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Se deben indicar las muestras del grupo 1 (véase tabla 1) que han pasado el ensayo sólo cuando la capa del hidrocarburo no muestre un cambio en el color y cuando la capa ácida sea más oscura que el color patrón requerido en la especificación. Una turbiedad o niebla en la capa del hidrocarburo no debe interpretarse como un cambio de color.

Cuando se analizan muestras de los grupos 2 ó 3, se desprecia el color de la capa del hidrocarburo y se indica que la muestra ha pasado el ensayo cuando la capa ácida no es más oscura que el color del patrón requerido en la especificación.

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 3011.
- 8.4 Identificación de la muestra.
- 8.5 Resultados parciales y/o finales.

9 PRECISION

Los datos de precisión no han sido establecidos para todos los tipos de muestras en las cuales ha sido usado este método de ensayo. Se realizaron ensayos cooperativos limitados en 1961, principalmente para establecer una igualdad con lo procedimientos previos. La

precisión estimada tomada de esos datos, es la siguiente:

Disolvente	Color de lavado ácido promedio	Repetibilidad		Reproducibilidad	
		Grados de libertad	95 % de repetibilidad	Grados de libertad	95 % de reproducibilidad
Benceno	1,4	11	0,75	9	2,34
	6,1	12	1,85	10	4,47
Xileno	4,7	12	0,40	10	1,39
	10,2	12	1,14	10	3,52

10 TIEMPO DE ANALISIS

No ha sido determinado.

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 848-81(89) Standard Test Method for Acid Wash Color of Industrial Aromatic Hydrocarbons. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 06.03, 1992.

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 3011.
- 8.4 Identificación de la muestra.
- 8.5 Resultados parciales y/o finales.

PRECISION

Los datos de precisión no han sido establecidos para todos los tipos de muestras en las cuales ha sido usado este método de ensayo. Se realizaron ensayos comparativos limitados en 1981, principalmente para establecer una igualdad con lo procedimientos previos. La

TABLA 1

CONCENTRACION Y TIEMPOS DE REPOSO

MUESTRA	CONCENTRACION, %	TIEMPO DE REPOSO, min
Grupo 1 Benceno, todos los toluenos, todos los xilenos, xileno grado nitración, xileno de 5 ^o , xileno de 10 ^o . Cualquier otro producto altamente refinado .	96	15
Grupo 2 Xileno grado industrial. Disolventes nafta refinada.	96	5
Grupo 3 Disolventes altamente inflamables. Disolventes nafta pesada.	78	5



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

Impreso en INTEVEP, S.A.