

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3091 :1994**

**ACETONA Y METANOL.
DETERMINACIÓN DEL TIEMPO
DE PERMANGANATO.**



PDVSA



COVENIN

TRAMITE

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

PARTICIPANTES

ENTIDAD	REPRESENTANTES
CORPOVEN, S.A.	RAMIRO GONZALEZ MIGUEL MANZANILLA JIMY DELGADO
INTEVEP, S.A.	GUILLERMO RODRIGUEZ REBECA FRAILE
LAGOVEN, S.A.	JOSE A. BOHORQUEZ MARIA MERCEDES MARIÑAN
MARAVEN, S.A.	PEDRO MEJIAS
MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS	JESUS GONZALEZ ESCOBAR
PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.	HERNANI MEINHARD

DISCUSION PUBLICA: FECHA: 12.11.93
 DURACIÓN: 30 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL SUBCOMITE:	25.02.94
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE:	06.07.94
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN:	10.08.94

NORMA VENEZOLANA
ACETONA Y METANOL
DETERMINACION DEL TIEMPO
DE PERMANGANATO

COVENIN
3091:1994

INTRODUCCION

El tiempo de permanganato puede ser utilizado para determinar la presencia de materiales oxidables que puedan estar asociados con la fabricación o la contaminación durante la distribución y para evaluar el cumplimiento de una especificación.

Numerosos procesos químicos que utilizan acetona o metanol, o ambos, implican la utilización de catalizadores o metales que son sensibles a la oxidación. Dado que los contaminantes oxidables pueden afectar la eficiencia de estos procesos, este método de ensayo proporciona una prueba comparativa para el control de fabricación y para determinar el cumplimiento de una especificación.

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 3009-93 Especificaciones de agua para reactivo.

COVENIN 3024-93 Aguas naturales, industriales y residuales. Determinación del color.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana contempla el método de ensayo para determinar la presencia de impurezas en acetona y metanol que reducen el permanganato de potasio (KMnO_4).

3 RESUMEN DEL METODO

Las sustancias que reaccionan con el permanganato de potasio en solución neutra, lo reducen a dióxido de manganeso (MnO_2), el cual hace que la solución tome un color amarillo. En la prueba del permanganato se mide el tiempo requerido para que el color de la solución de ensayo, cambie y pase a ser similar al de una solución patrón. El color de la solución cambia de rosado-naranja a amarillo-naranja.

4.1 TUBOS PARA COMPARACION DE COLOR. Un par de tubos tipo Nessler de forma alta, ópticamente claros, de 50 mL de capacidad, provistos de bases y tapones de vidrio.

4.2 BAÑO DE TEMPERATURA CONSTANTE. Capaz de mantener una temperatura de $15,0^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ o de $25,0^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Es importante que el baño se encuentre protegido de la luz directa. Si se utiliza un baño de temperatura fabricado en material de vidrio, debe tenerse cuidado en utilizar vidrio oscuro o en su defecto cubrirlo con un material opaco.

4.3 PIPETA. Con capacidad de suministrar 2,0 mL de solución.

4.4 CRONOMETRO Y RELOJ. Capaz de medir intervalos de tiempo de 120 min o más. Es recomendable el uso de un reloj con alarma incorporada.

5 REACTIVOS

5.1 AGUA. A menos que se indique lo contrario, toda referencia al agua se entenderá como agua Tipo IV, de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 3009.

5.2 SOLUCION PERMANGANATO DE POTASIO (KMnO_4). Se pesan en una balanza analítica 0,200 g de permanganato de potasio y se disuelven con agua recientemente hervida, se transfieren cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 L y se diluyen hasta la marca. A fin de garantizar la estabilidad de esta solución, el material de vidrio a ser utilizado debe estar completamente limpio. La solución debe ser almacenada en botellas de color ámbar o en el mismo matraz cubierto con papel de aluminio y se debe preparar semanalmente para su uso.

5.3 SOLUCION PATRON CLORURO DE COBALTO-COBALTO PLATINO. Se pesan 175 mg de cloruro de cobalto ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) y se añaden 21,4 mL de solución estándar de Pt-Co No. 500 (véase Norma Venezolana COVENIN 3024). Se transfiere a un matraz volumétrico de 50 mL, se diluye hasta la marca y se mezcla cuidadosamente. Esta solución patrón representa el color del punto final en el cual la solución muestra se desvanece en la prueba del KMnO_4 . La solución es estable y debe mantenerse en un tubo Nessler de 50 mL tapado, exactamente igual a los tubos en los que se realizará la prueba.

6 PROCEDIMIENTO

Se llena un tubo Nessler de 50 mL de capacidad, con la muestra a ser ensayada, hasta después del aforo y se coloca posteriormente en el baño de temperatura constante (véase tabla 1). Se mantiene el nivel de agua en el baño, aproximadamente 25 mm por debajo del tope del tubo. Cuando la muestra haya alcanzado la temperatura especificada, se lleva el nivel al aforo de 50 mL. Se adicionan con una pipeta, 2 mL de la solución de permanganato de potasio. Se tapa el tubo, invirtiéndolo una y otra vez hasta que se mezclen completamente los contenidos, se regresa al baño y se anota el tiempo. Al cabo del tiempo mínimo especificado para el material a ser ensayado (véase tabla 1), se retira el tubo del baño y se compara su color contra el color de la solución estándar, mirando en forma descendente a través del tubo, contra un trasfondo blanco, desde el cual la luz blanca difusa se refleja (véase nota 1).

NOTA 1. Los cilindros para muestras, los recipientes para el almacenaje del permanganato y el equipo de ensayo, deben limpiarse con ácido clorhídrico concentrado (d.r. 1,19), para remover el dióxido de manganeso residual (MnO_2). El ácido clorhídrico cataliza la reducción del permanganato de potasio, por lo cual debe ser removido mediante la realización de por lo menos diez (10) lavados con agua destilada.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El tiempo del permanganato, expresado en minutos, se debe indicar como:

7.1.1 Mayor que X minutos. El color rosado de la muestra es mayor que el del estándar.

7.1.2 X minutos. El color rosado de la muestra es igual al del estándar.

7.1.3 Menor que X minutos. El color rosado de la muestra es menor que el del estándar.

donde:

X : Mínimo tiempo especificado para la muestra ensayada, min

7.2 Un estimado del tiempo total de permanganato puede ser encontrado observando continuamente la muestra e indicando, con aproximación a 1 min, el tiempo en el cual el color de la muestra sea similar al del estándar. Las determinaciones que coincidan en un 3% pueden promediarse.

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 3091.

8.4 Identificación de la muestra.

8.5 Resultados parciales y/o finales.

9 PRECISION

9.1 La precisión aquí presentada está basada sobre un estudio interlaboratorio en el cual tres muestras de metanol, con tiempo de permanganato promedio de 60 min, 73 min y 95 min, fueron analizadas cada una de ellas por 14 laboratorios diferentes, por duplicado y en dos días distintos. El estudio interlaboratorio condujo a un coeficiente de variación interlaboratorio de 2,35% con 40 grados de libertad y un coeficiente de variación entre laboratorios de 8,20% con 12 grados de libertad.

Con base en estos coeficientes de variación, los siguientes criterios deberán ser usados para juzgar la aceptabilidad de los resultados a un nivel de confianza del 95%:

9.1.1 **Repetibilidad.** Dos resultados, cada uno de ellos el promedio de los duplicados, obtenidos por el mismo operador en días diferentes, deben considerarse satisfactorios si no difieren en más de un 6,7%.

9.1.2 **Reproducibilidad.** Dos resultados, cada uno de ellos el promedio de los duplicados, obtenidos por operadores que trabajen en laboratorios diferentes, deben considerarse satisfactorios si no difieren en más de un 25,2%.

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 1363-88 Standard Test Method for Permanganate Time of Acetone and Methanol. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 06.04, 1993.

TABLA 1

CONDICIONES DE TEMPERATURA Y TIEMPO DURANTE EL ENSAYO

	Temperatura del ensayo, °C	Tiempo de permanganato, min
Acetona	25	30
Metanol	15	50

COVENIN
3091 : 1994

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común piso 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



ISBN: 980-06-1360-9

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

CDU: 547.261:547.28:543.061.062

Descriptores: Acetona, metanol, tiempo, impureza, permanganato.