

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3092 :1994**

**DESTILADOS LIVIANOS DEL
PETRÓLEO Y GASES LICUADOS
DEL PETRÓLEO (GLP).
DETERMINACIÓN DE AZUFRE
COMO DISULFURO POR
VALORACIÓN
POTENCIOMETRICA.**



PDVSA



COVENIN

TRAMITE

COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN 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.	ALVARO ROMAN DAVID CORDERO GERARDO ARAUJO RAMIRO GONZALEZ
INTEVEP, S.A.	GUILLERMO RODRIGUEZ REBECA FRAILE
LAGOVEN, S.A.	MARIA MERCEDES MARIÑAN JOSE A. BOHORQUEZ
MARAVEN, S.A.	NANCY CHACON
MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS	JESUS GONZALEZ ESCOBAR
PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.	HERNANI MEINHARD

DISCUSION PUBLICA: FECHA: 01.02.93
 DURACIÓN: 30 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL SUBCOMITE: 24.03.94

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 06.07.94

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 10.08.94

**NORMA VENEZOLANA
DESTILADOS LIVIANOS DEL
PETROLEO Y GASES**

**COVENIN
3092:1994**

**LICUADOS DEL PETROLEO (GLP)
DETERMINACION DE AZUFRE COMO
DISULFURO POR VALORACION
POTENCIOMETRICA**

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 2349-93 Hidrocarburos líquidos. Determinación de sulfuro de hidrógeno y azufre tipo mercaptano por valoración potenciométrica.
- COVENIN 2675-90 Hidrocarburos gaseosos y GLP. Determinación de sulfuro de hidrógeno, azufre mercaptano y sulfuro de carbonilo por valoración potenciométrica.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método para la determinación de azufre en la forma de disulfuro, en muestras de destilados livianos del petróleo y gases licuados del petróleo.

3 RESUMEN DEL METODO

El azufre mercaptano y el sulfuro de hidrógeno, se determinan inicialmente mediante valoración potenciométrica. Después los disulfuros presentes en la muestra se reducen a mercaptanos y se determinan seguidamente por valoración potenciométrica. El azufre tipo mercaptano valorado de esta manera, es igual al mercaptano original presente, más el azufre mercaptano resultante de la reducción de los disulfuros.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 VOLTIMETRO ELECTRONICO, de lectura continua; son también apropiados los tituladores manuales o de registro automático.

4.2 BALANZA, con capacidad de 4 kg a 5 kg y apreciación de 0,5 g.

4.3 MATRAZ DE VALORACION, con capacidad de 125 mL y 250 mL, con tapa de vidrio.

4.4 AGITADOR MAGNETICO, con barra agitadora recubierta en teflón.

4.5 ELECTRODO DE REFERENCIA DE VIDRIO.

4.6 ELECTRODO DE PLATA-SULFURO DE PLATA, tipo alambre de plata (véase el procedimiento y preparación del electrodo en la Norma Venezolana COVENIN 2349).

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 ACIDO ACETICO GLACIAL (CH_3COOH).

5.2 ALCOHOL METILICO (CH_3OH).

5.3 ZINC (Zn), en polvo.

5.4 NITRATO DE PLATA (AgNO_3) solución alcohólica 0,01 M. Para su preparación y estandarización, véase la Norma Venezolana COVENIN 2349.

5.5 MATRACES, de 125 mL de capacidad.

5.6 PIPETAS, de 2 mL, 5 mL, 10 mL y 50 mL.

5.7 PAPEL DE FILTRO CUALITATIVO, de filtración rápida, 11 cm de diámetro.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 REDUCCION DE DISULFUROS A MERCAPTANOS.

6.1.1 Se conecta un tubo de teflón de 0,64 mm de diámetro interno y una longitud aproximada de 15 cm, a una de las bocas del cilindro de acero inoxidable. Se pesa el cilindro y se anota su peso.

6.1.2 Se toma un matraz de 125 mL de capacidad y se introducen 25 mL de alcohol metílico y 1 mL de ácido acético glacial. Se adicionan 0,5 g de zinc en polvo y una barra de agitación magnética.

6.1.3 Se coloca el matraz sobre el agitador magnético y el cilindro en posición vertical, sobre el matraz, de manera que el extremo inferior del tubo de teflón quede sumergido en la solución de alcohol metílico y ácido acético.

6.1.4 Se abre la llave del cilindro y bajo agitación continua (agitador magnético) se burbujan aproximadamente 50 mL de muestra en la solución de alcohol metílico y ácido acético, a un flujo aproximado de 5 mL/min.

6.1.5 Se cierra la llave del cilindro, se pesa y se anota su peso. La diferencia entre ésta y la primera pesada, corresponde al peso de muestra tomado.

6.1.6 Se tapa el matraz y se agita la mezcla a temperatura ambiente durante 30 min, utilizando el agitador magnético.

6.1.7 Se permite que sedimente el zinc en polvo y rápidamente se decanta y filtra el líquido en un matraz de valoración de 250 mL, al cual se ha introducido una barra de agitación magnética. Se enjuaga el matraz de reacción y el papel filtro, con 100 mL de solvente de valoración y se adicionan los lavados al vaso. Se valora potenciométricamente con una solución 0,01 M de nitrato de plata alcohólica, de acuerdo con el procedimiento establecido en la Norma Venezolana COVENIN 2349.

6.2 CONTENIDO DE AZUFRE TIPO MERCAPTANO INICIAL.

Se determina en otra porción separada de muestra el contenido de azufre tipo mercaptano por valoración potenciométrica, omitiendo los pasos de reducción arriba mencionados, de acuerdo con el procedimiento descrito en la Norma Venezolana COVENIN 2349.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 DETERMINACION DE MERCAPTANOS FINALES DE LA MUESTRA EN PPM-MASA.

El contenido de azufre tipo mercaptano final en la muestra reducida, expresado en ppm-masa, se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$RSH_f = \frac{10^3 \times 32 \times A \times M}{P_f_R}$$

donde:

- RSH_f = contenido de mercaptanos finales, ppm-masa, ($\mu\text{g/g}$).
- Pf_R = peso de muestra tomada para efectuar la reducción, g. Correspondiente a la diferencia de peso del cilindro antes y después de burbujear la muestra en la solución de alcohol metílico: ácido acético.
- A = volumen de solución de nitrato de plata utilizado para valorar los mercaptanos en la muestra reducida, mL.
- M = concentración molar de la solución de nitrato de plata alcohólica.
- 32 = peso molecular del azufre (número de sitios activos de hidrógeno en el mercaptano).

10^3 = factor de conversión de L a mL.

7.2 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE MERCAPTANOS INICIALES DE LA MUESTRA EN PPM-MASA

El contenido de azufre mercaptanos iniciales en la muestra, expresado en ppm-masa, se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$RSH_i = \frac{10^3 \times 32 \times B \times M}{P_i}$$

donde:

- RSH_i = contenido de mercaptanos iniciales, ppm-masa ($\mu\text{g/g}$).
- P_i = peso de la porción de muestra, tomada separadamente para efectuar el análisis de mercaptanos iniciales, g.
- B = volumen de solución de nitrato de plata utilizado para alcanzar el punto final del mercaptano en la muestra sin reducir, mL.
- M = concentración molar de la solución de nitrato de plata alcohólica.
- 32 = peso molecular del azufre.
- 10^3 = factor de conversión de L a mL.

7.3 DETERMINACION DE AZUFRE COMO DISULFURO EN LA MUESTRA

El contenido de azufre como disulfuro, expresado en ppm-masa, se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$SDS = RSH_f - RSH_i$$

donde:

- SDS = contenido de azufre como disulfuro, ppm-masa ($\mu\text{g/g}$).
 RSH_f = contenido de mercaptanos finales, ppm-masa ($\mu\text{g/g}$).
 RSH_i = contenido de mercaptanos iniciales en la muestra sin reducir, ppm-masa ($\mu\text{g/g}$).

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 3092.
- 8.4 Identificación de la muestra.
- 8.5 Resultados parciales y/o finales.

9 PRECISION

No ha sido determinada.

10 TIEMPO DE ANALISIS

- 10.1 El tiempo requerido para la realización de un ensayo, una vez preparado el equipo, y preparadas y estandarizadas las soluciones de valorizaciones es de 1 h.
- 10.2 Las horas hombre requeridas para la realización de un ensayo, son 1,5.

BIBLIOGRAFIA

UOP 202-67 Disulfide Sulfur in Light Petroleum Distillates and LPG. Universal Oil Products. Laboratory Test Methods for Petroleum and Its Products, 1992.

donde:
R2H1 = contenido de mercaptanos iniciales en la muestra sin reducir, ppm-masa (µg/g).
R2H2 = contenido de mercaptanos finales, ppm-masa (µg/g).
S2S = contenido de azufre como disulfuro, ppm-masa (µg/g).

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 3093
- 8.4 Identificación de la muestra.
- 8.5 Resultados parciales y/o finales.

9 PRECISION

No ha sido determinada.

10 TIEMPO DE ANALISIS

- 10.1 El tiempo requerido para la realización de un ensayo, una vez preparado el equipo, para preparar y analizar las soluciones de calibración es de 1 h.
- 10.2 Las horas, hombre requeridas para la realización de un ensayo, son 1.2.

COVENIN
3092 : 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: 980-06-1351-X

CDU: 661.91:543.257

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Destilado, gases licuados del petróleo (GLP), azufre, disulfuro, valoración potenciométrica.