

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3146:1995**

**ACEITES LUBRICANTES.
DETERMINACIÓN DE LAS
CARACTERÍSTICAS DE
OXIDACIÓN POR EL
AUMENTO DEL RESIDUO DE
CARBÓN CONRADSON**



PDVSA



COVENIN

PRÓLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT 4: **PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS** por el Subcomité Técnico SC5: **Métodos de Ensayo a través del convenio de cooperación suscrito entre la Petróleos de Venezuela, S.A. (PDVSA) y FONDONORMA**, siendo aprobada por la COVENIN en su reunión No 131 de fecha 08-02-95.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: INDUSTRIAS VENOCO, CORPOVEN, S.A, INTEVEP, S.A., LAGOVEN, S.A., MARAVEN, S.A., MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS, PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A. (PDVSA).

Esta norma coincide en todas sus partes con la norma PDVSA 5044



NORMA VENEZOLANA
ACEITES LUBRICANTES. DETERMINACIÓN DE LAS
CARACTERÍSTICAS DE OXIDACIÓN POR EL AUMENTO
DEL RESIDUO DE CARBON CONRADSON.

COVENIN
3146:1995

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica dos métodos para determinar las características de oxidación de aceites lubricantes, especialmente aquéllos que son utilizados en compresores de aire.

Método A. Se aplica a aceites lubricantes con base de petróleo que pierdan no más del 15 % en peso por evaporación durante la prueba.

Método B. Se aplica a aceites lubricantes con base de petróleo que no pierdan más del 20 % en peso por evaporación durante la prueba.

1.2 Este método de ensayo es requerido por lubricantes para compresores de aire y dependiendo del nivel de calidad que se quiera verificar, se práctica el método A o el método B.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

La siguiente norma contiene disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos con base en ella, que analicen la conveniencia de usar la edición más reciente de la norma citada seguidamente.

COVENIN 879-82 Productos derivados del petróleo. Determinación del carbón residual. Método Conradson.

3 REACTIVOS

3.1 Aire. Libre de aceite y agua.

3.2 Solución limpiadora

3.3 Óxido de hierro (III), (Fe_2O_3)

4 APARATOS

4.1 Baño. Capaz de mantener la temperatura en $200\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$, de un tamaño tal que pueda alojar el tubo

de oxidación sumergido a 140 mm de profundidad. La cubierta del baño debe tener cavidades lo suficientemente grandes como para colocar los tubos de oxidación.

4.2 Tubos de oxidación. De vidrio con juntas cónicas esmeriladas 29/32 como se muestra en la figura 1. La tapa del tubo debe tener un tubo de entrada de aire y otro de ventilación. Debe haber un espacio de 1,0 mm 0,5 mm entre el tubo de entrada de aire y el fondo del tubo de oxidación.

4.3 Termómetro. Como se especifica en la tabla 1.

4.4 Botella de lavado de aire. De capacidad 500 mL y sin filtro de vidrio (véase la nota 1).

NOTA 1 - También se puede utilizar una botella de lavado rellena de lana de vidrio.

4.5 Rotámetro. Con un intervalo promedio de medición y que pueda llegar a una velocidad de flujo de aproximadamente 15 L/h, calibrado para aire a $20\text{ }^\circ\text{C}$ con límites máximos de error de 0,25 L/h. Cada tubo de oxidación debe contar con un rotámetro.

4.6 Medidor de flujo. De burbuja de jabón de 150 mL de capacidad y divisiones de escala de 1 mL.

4.7 Balanzas. Con apreciación de 0,1 g y 0,1 mg.

4.8 Agitador mecánico

4.9 Mufla. Capaz de mantener la temperatura entre $700\text{ }^\circ\text{C}$ y $800\text{ }^\circ\text{C}$.

5 METODO A

5.1 Resumen del método

La muestra se oxida durante dos períodos de 6 horas pasando aire a través de ella a una temperatura de $200\text{ }^\circ\text{C}$. La capacidad antioxidante del lubricante se determina por la diferencia en el contenido del residuo de carbón Conradson entre la muestra oxidada y la no oxidada. Las pérdidas por evaporación se determinan a objeto de compararlas con los requisitos establecidos en 1.1.

$$100 \times \left(\frac{A - B}{V} \right) = \text{pérdidas por evaporación}$$

NOTA 2 - Cuando la oxidación se lleva a cabo pasando aire a través de la muestra durante un período de 12 horas continuas (control de producción), los resultados son comparables a los obtenidos con la oxidación pasando aire durante 2 períodos de 6 horas.

5.2 Procedimiento

5.2.1 Se limpian los tubos de oxidación y su tapa, utilizando soluciones limpiadoras que usualmente se emplean para este fin. Luego se secan en un horno.

5.2.2 Se regula el baño de calentamiento a $200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

5.2.3 Se llena el tubo de oxidación con la muestra hasta la marca de 40 mL. Esto se realiza a temperatura ambiente.

5.2.4 Se pesa el tubo con la muestra y la tapa del tubo con una aproximación de 0,1 g y se coloca el tubo en el baño de calentamiento.

5.2.5 Se conecta el suministro de aire al tubo de entrada de la tapa del tubo de oxidación y se controla con el rotámetro el flujo a $15,00\text{ L/h} \pm 0,25\text{ L/h}$. El flujo del aire debe ser verificado varias veces durante el proceso, usando el medidor de flujo.

5.2.6 Luego de 6 horas se interrumpe el proceso de oxidación, se retira el tubo del baño de calentamiento y se deja reposar por un intervalo entre 12 horas y 18 horas a temperatura ambiente.

5.2.7 El proceso de oxidación se repite igual como se describe en 5.2.5 y 5.2.6, por un período de 6 horas (véase la nota 3.).

NOTA 3 - Si es necesario por razones de operatividad en el proceso de producción de lubricantes, se puede utilizar un sólo período de 12 horas.

5.2.8 Luego de este tiempo se retira el tubo del baño, se deja enfriar a temperatura ambiente y se pesa con aproximación a 0,1 g.

5.2.9 Se determina el carbón Conradson, tanto del aceite oxidado como el no oxidado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 879.

5.3 Expresión de los resultados

5.3.1 Pérdidas por evaporación. La pérdida por evaporación se expresa en porcentaje y se calcula de la forma siguiente:

$$\% \text{ Pérdida por evaporación} = \left(\frac{P_r - P_i}{P_i} \right) \times 100$$

donde:

P_r es el peso del tubo de oxidación con la muestra oxidada, en gramos;

P_i es el peso del tubo de oxidación con la muestra no oxidada, en gramos.

5.3.2 Variación del carbón Conradson. Se expresa en porcentaje y se calcula de la forma siguiente:

$$\% \text{ Variación del carbón Conradson} = Cr_f - Cr_i$$

donde:

Cr_f es el carbón Conradson de la muestra oxidada, en porcentaje en peso.

Cr_i es el carbón Conradson de la muestra no oxidada, en porcentaje en peso.

5.3.3 Precisión

a) **Repetibilidad.** Resultados obtenidos por el mismo operador en el mismo equipo, se consideran aceptables si no difieren en más del 20 % del valor medio.

b) **Reproducibilidad.** Resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes, se consideran aceptables si no difieren en más del 40 % del valor medio.

5.4 Informe

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

a) Fecha de realización del ensayo.

b) Identificación del analista.

c) Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 3146

d) Identificación de la muestra.

e) Resultados parciales y/o finales.

5.5 Tiempo del análisis

a) El tiempo requerido para la realización de un ensayo es de 36 horas.

b) Las horas-hombre requeridas para la realización de este ensayo son 6.

6 METODO B

6.1 Resumen del método

Consiste en someter al lubricante a un proceso de oxidación de 24 horas continuas en presencia de un catalizador (óxido de hierro III) a una temperatura de 200 °C. La característica antioxidante se mide por las diferencias que existan en el contenido de carbón Conradson entre la muestra oxidada y la no oxidada. Además se determina la pérdida por evaporación a objeto de compararla con los requisitos establecidos en 1.1.

6.2 Procedimiento

6.2.1 Se procede de la misma manera que en 5.2.1 y 5.2.2.

6.2.2 Se coloca la muestra en el tubo de oxidación, se llena hasta la marca de 40 mL y se le agregan 0,400 g ± 0,005 g de óxido de hierro (III). Se mezclan con la ayuda de un agitador mecánico por un periodo de 3 segundos, seguidamente se deja que escurra el aceite por la varilla de agitación por 10 segundos.

6.2.3 Se pesa el tubo de oxidación junto con la muestra y el catalizador, con aproximación a 0,1 g.

6.2.4 Se coloca el tubo de oxidación en el baño de calentamiento y se conecta al suministro de aire a través del tubo de entrada de la tapa del tubo de oxidación. Se controla el flujo de aire con el rotámetro a 15 L/h.

6.2.5 Luego de transcurrida las 24 horas continuas, se retira el tubo de oxidación del baño y se deja enfriar a temperatura ambiente.

6.2.6 Se pesa el tubo de oxidación con aproximación a 0,1 g.

6.2.7 Se homogeneiza la muestra, tratando de que no quede en el fondo del tubo el óxido de hierro. Si es necesario se puede utilizar una varilla de vidrio para este fin.

6.2.8 Si la muestra es demasiado viscosa, se puede calentar durante 20 min en baño de vapor de agua, para luego homogeneizarla según 6.2.7.

6.2.9 Se determina el carbón Conradson de la muestra oxidada y de la muestra no oxidada de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 879.

6.2.10 El residuo obtenido en la determinación del carbón Conradson de la muestra oxidada es colocado en una mufla

a 775 °C ± 25 °C durante 2 horas. Se deja enfriar y se pesa a temperatura ambiente.

6.3 Expresión de los resultados

6.3.1 **Pérdida por evaporación.** La pérdida por evaporación se expresa en porcentaje y se calcula de la misma forma a la descrita en 5.3.1.

6.3.2 **Carbón Conradson del aceite oxidado.** El residuo del carbón Conradson del aceite oxidado se expresa en porcentaje y se calcula de la manera siguiente:

$$\% \text{ Carbón Conradson del aceite oxidado} = \left(\frac{P_2 - P_1}{P_1 - P_3} \right) \times 100$$

donde:

P₁ es el peso de la muestra inicial, en gramos;

P₂ es el peso del residuo del carbón incluyendo el óxido de hierro (III), en gramos;

P₃ es el peso del óxido de hierro (III), en gramos.

6.3.3 **Variación del carbón Conradson.** La variación del carbón Conradson se expresa en porcentaje y se calcula de la forma siguiente:

$$\% \text{ Variación del carbón Conradson} = C_{cf} - C_{ci}$$

donde:

C_{cf} es el carbón Conradson calculado en 6.3.2, en porcentaje en peso

C_{ci} es el carbón Conradson de la muestra sin tratar, en porcentaje en peso

6.3.4 **Precisión** Véase 5.3.3.

6.4 **Informe.** Véase 5.4.

6.5 **Tiempo de análisis**

a) El tiempo requerido para la realización de un ensayo es de 40 horas.

b) Las horas-hombre requeridas para la realización de un ensayo son 8.

BIBLIOGRAFIA

DIN 51352-85 Determination of Ageing Characteristics of Lubricating Oils.- Increase in Conradson Carbon Residue After Ageing by Passing Air Through the Lubricating Oil. (Part 1).

DIN 51352-85 Determination of Ageing Characteristics of Lubricating Oils.- Conradson Carbon Residue After Ageing by Passing Air Through the Lubricating Oil in the Presence of Iron (III) Oxide. (Part 2).

$$\% \text{ Carbono Conradson del aceite oxidado} = \left(\frac{C_2 - C_1}{C_1} \right) \times 100$$

donde:

- C₁ es el peso de la muestra inicial, en gramos;
- C₂ es el peso del residuo del carbono incluyendo el óxido de hierro (III), en gramos;
- C₃ es el peso del óxido de hierro (III), en gramos.

4.3.3 Variación del carbono Conradson. La variación del carbono Conradson se expresa en porcentaje y se calcula de la forma siguiente:

$$\% \text{ Variación del carbono Conradson} = C_{cf} - C_{ci}$$

donde:

- C_{cf} es el carbono Conradson calculado en 6.3.2, porcentaje en peso
- C_{ci} es el carbono Conradson de la muestra en peso, porcentaje en peso

6.3.4 Precisión Véase 2.3

6.4 Informe Véase 2.4

6.5 Tiempo de análisis

a) El tiempo requerido para la realización de un ensayo es de 40 horas

b) Las horas-hombre requeridas para la realización de un ensayo son 8

METODO B

6.1 Resumen del método

Consiste en someter al tratamiento a un proceso de oxidación de 24 horas continua en presencia de un catalizador (óxido de hierro III) a una temperatura de 200 °C. La cantidad suministrada se mide por las diluciones que existen en el contenido de carbono Conradson entre la muestra oxidada y la no oxidada. Además se determina la pérdida por evaporación a objeto de compararla con los resultados obtenidos en 1.1

6.2 Procedimiento

6.2.1 Se procede de la misma manera que en 2.2.1 y 2.2.2.

6.2.2 Se coloca la muestra en el tubo de oxidación, se llena hasta la marca de 40 ml. y se agregan 0.400 g ± 0.002 g de óxido de hierro (III). Se mezcla con la ayuda de un agitador mecánico por un período de 3 segundos, seguidamente se deja que escurez el aceite por la acción de la gravedad por 10 segundos.

6.2.3 Se pesa el tubo de oxidación junto con la muestra y el catalizador, con aproximación a 0.1 g.

6.2.4 Se coloca el tubo de oxidación en el baño de calentamiento y se conecta el suministro de aire a través del tubo de entrada de la tapa del tubo de oxidación. Se controla el flujo de aire con el rotámetro a 12 L/h.

6.2.5 Luego de transcurridas las 24 horas continuas se retira el tubo de oxidación del baño y se deja enfriar a temperatura ambiente.

6.2.6 Se pesa el tubo de oxidación con aproximación a 0.1 g.

6.2.7 Se homogeneiza la muestra, estando de que no puede ser el fondo del tubo el óxido de hierro. Si es necesario se puede utilizar una varilla de vidrio para este fin.

6.2.8 Si la muestra es demasiado viscosa, se puede calentar durante 30 min en baño de vapor de agua para luego homogeneizarla según 6.2.7.

6.2.9 Se determina el carbono Conradson de la muestra oxidada y de la muestra no oxidada de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 879.

6.2.10 El residuo obtenido en la determinación del carbono Conradson de la muestra oxidada es colocado en una mufa

Tabla 1 - Características del termómetro

Intervalo nominal de medición, °C	195 a 205
División de escalas, °C	0,1
Relleno del termómetro	Mercurio o gas inerte
Tipo de ajuste	Inmersión Parcial
Profundidad de inmersión, mm	100
Temperatura de referencia del vástago, °C	40
Tope del termómetro	Anillo o perilla
Longitud total, mm	300 ± 10
Longitud del bulbo, mm	30 ± 5
Distancia mínima desde el fondo del bulbo hasta la marca de 195 °C, mm	165
Longitud de escala, mm	90 ± 20
Diámetro externo del tubo capilar, mm	6,5 ± 1,5
Volumen de la cámara de expansión equivalente a, °C	50
Límites de error	
Error de instrumentos incluyendo error de intervalo, °C	0,2

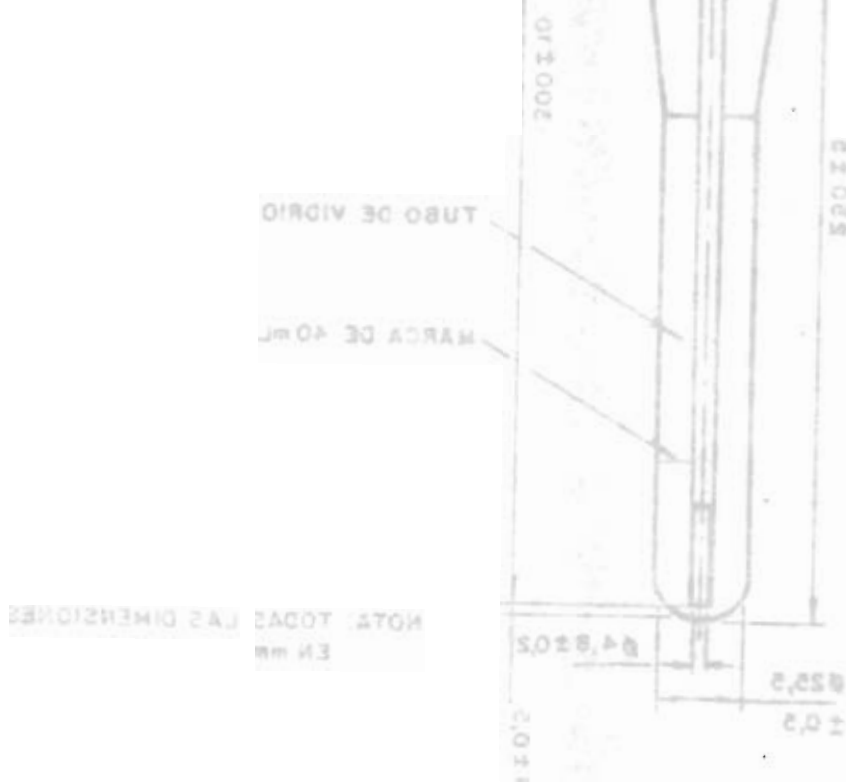


Figura 1 - Tubo de oxidación

COVENIN
3146:1995

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



ICS: 75.100

ISBN: 980-06-1433-8

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descripciones: Aceite lubricante, oxidación, compresor del aire.