

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3394:1998**

**GLICOLES. DETERMINACIÓN DE
HIDROCARBUROS DISCRIMINADOS
Y TOTALES POR CROMATOGRFÍA
DE GASES DE ALTA RESOLUCIÓN**



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT4 Petróleo, gas y sus derivados, por el Subcomité Técnico SC5 Métodos de ensayo y aprobada por FONDONORMA en la reunión del Consejo Superior No. 98-10 de fecha 11/11/98.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: PDVSA MANUFACTURA Y MERCADEO, PDVSA-GAS, PDVSA INTEVEP, DELTAVEN, MINISTERIO DE ENERGÍA Y MINAS (MEM).



**NORMA VENEZOLANA
GLICOLES. DETERMINACIÓN
DE HIDROCARBUROS DISCRIMINADOS
Y TOTALES POR CROMATOGRFÍA
DE GASES DE ALTA RESOLUCIÓN**

**COVENIN
3394:1998**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica un método que permite identificar y determinar la concentración de hidrocarburos presentes en glicoles utilizados en procesos de deshidratación del gas natural.

1.2 Los hidrocarburos pueden ser identificados desde C1 hasta C10 +, en niveles desde 0,1 % en peso hasta 5 % en peso de hidrocarburos totales.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa

3 DEFINICIONES

Para la presente Norma Venezolana COVENIN, se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Hidrocarburos C10+

Comprende los hidrocarburos detectados por cromatografía de gases desde C10 hasta C15, y que para los efectos de esta norma se indica con un solo valor.

3.2 Glicoles

Son compuestos que tienen en su estructura molecular dos o más grupos -OH, los que les confieren una alta polaridad y una gran afinidad con el agua. Por tales características son usados en procesos de deshidratación.

4 RESUMEN

Se pesa cierta cantidad de muestra en un embudo de separación y se le agrega un estándar interno, (2, 3, 4 trimetilpentano), luego se añade un volumen fijo de agua destilada y de diclorometano para formar dos fases, y así de esta forma separar la fase orgánica con los hidrocarburos de la fase acuosa. De la fase orgánica se toma un volumen fijo y se inyecta al cromatógrafo de gases equipado con un detector de ionización de llama (FID), donde los hidrocarburos son separados e identificados. Un procesador de datos suministra el área de cada componente y se calcula la concentración de cada uno de ellos o la totalidad, con referencia al patrón interno.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Diclorometano (CH₂Cl₂). Grado analítico (véase el anexo A).

5.2 2,3,4 trimetilpentano. Grado analítico.

5.3 Embudo de separación, de 30 ml.

5.4 Pipeta graduada, de 10 ml, con graduaciones de 0,1 ml.

5.5 Agua destilada.

5.6 Viales, de 2 ml sellados con septum.

5.7 Pipeta pasteur.

5.8 Microjeringa de 10 µl, de apreciación de 0,1 µl.

6 APARATOS

6.1 Cromatógrafo de gases

Equipado con inyector tipo split-splitless (con y sin divisor de flujo), horno programable y detector de ionización de llama (FID).

6.2 Procesador de datos

Integrador/registrator o computadora con un programa apropiado.

6.3 Balanza analítica. Con apreciación de 0,1 mg.

6.4 Columna cromatográfica. Capilar con fase estacionaria no polar de metilsilicona, de 60 m de longitud, de 0,25 mm de diámetro interno y de 0,25 µm de espesor de película. Ha demostrado ser adecuada para este método.

7 CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Las muestras deben, preferiblemente, mantenerse refrigeradas hasta el momento de realizarse el análisis y en un recipiente hermético, (viales sellados con septum).

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Se pesa con exactitud 1 g de muestra y entre 5 mg y 10 mg de 2,3,4 trimetilpentano (estándar interno), se agregan aproximadamente 10 ml de agua destilada y 2,5 ml de diclorometano en un embudo de separación de 30 ml, se agita y se deja en reposo por 15 minutos. Se colecta la fase orgánica en un vial de 2 ml, se tapa, para evitar la volatilización de la mezcla.

8.2 Se inyecta un microlitro de muestra al cromatógrafo (véase el anexo B), y de acuerdo a las áreas de las señales que se obtengan se calculan los resultados según 9.1.

9 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

9.1 Concentración de hidrocarburos en la muestra

$$\% (\text{peso}) i = F_i \times (M_s/M_m) \times (A_i/A_s) \times 100$$

donde:

% (peso) i es la concentración en porcentaje-peso del componente i en la muestra;

M_m es el peso de la muestra, en gramos;

F_i es el factor respuesta del componente i;

M_s es el peso del estándar interno, en gramos;

A_s es el área del estándar interno;

A_i es el área del componente i.

NOTA 1: En esta norma se asume que el factor de respuesta F_i es igual a 1.

9.2 Precisión. No ha sido determinada.

10 INFORME

El informe debe contener como mínimo la siguiente información:

10.1 Fecha de análisis

10.2 Identificación del analista

10.3 Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 3394

10.4 Identificación de la muestra

10.5 Resultados parciales y/o finales

11 TIEMPO DE ANALISIS

11.1 El tiempo requerido para la realización de un ensayo es de 5 horas.

11.2 Las horas-hombre requeridas para la realización de un ensayo son cuatro.

BIBLIOGRAFIA

Da Silva F.; *Manual de técnicas y procedimientos de análisis de gas natural y productos*, Documento Técnico INTEVEP, N°INT-M-0249,1997.

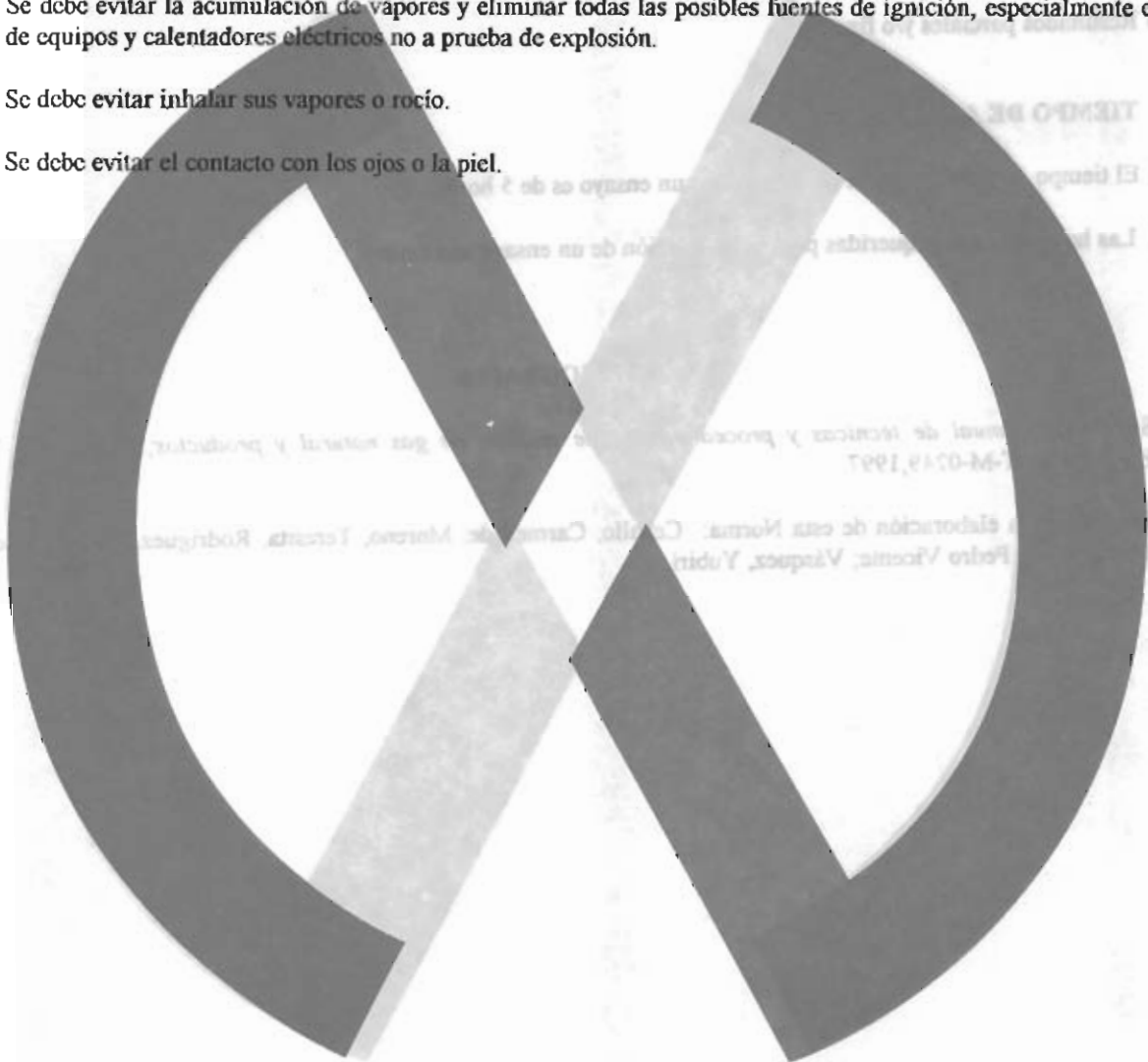
Participaron en la elaboración de esta Norma: Ceballos, Carmen de; Moreno, Teresita; Rodríguez, Isidoro; Rodríguez, Guillermo; Silva, Pedro Vicente; Vásquez, Yubiri.

**ANEXO A
(Normativo)**

PRECAUCIONES

A.1 Diclorometano

- Sumamente inflamable. Los vapores pueden ocasionar incendios repentinos.
- El envase debe mantenerse cerrado.
- Se debe utilizar con adecuada ventilación.
- Se debe evitar la acumulación de vapores y eliminar todas las posibles fuentes de ignición, especialmente en el caso de equipos y calentadores eléctricos no a prueba de explosión.
- Se debe evitar inhalar sus vapores o rocío.
- Se debe evitar el contacto con los ojos o la piel.



**ANEXO B
(Informativo)**

CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

A continuación se indican las condiciones cromatográficas que han sido utilizadas en este método.

B.1 Temperaturas:

Inyector 250 °C

Detector 300 °C

Horno:

Inicio 35 °C por 10 minutos

Gradiente de temperatura 5 °C/minuto

Final 200 °C por 20 minutos

B.2 Flujos de Gases:

Hidrógeno (FID) 35 ml/minuto

Aire(FID) 350 ml/minuto

Helio(Columna) 1 ml/minuto

Presión a la cabeza de la columna 15 psi

COVENIN
3394:1998

CATEGORÍA
B

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

publicación de:



FONDONORMA

I.C.S: 75.080

ISBN: 980-06-2108-3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Glicoles, hidrocarburos discriminados y totales, cromatografía de gases, alta resolución.