



ANEXO 6.1.1

***C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos
por Destilación***

CONTENIDO

1. **OBJETO**
2. **ALCANCE**
3. **DEFINICIONES Y ABREVIATURAS**
4. **DESARROLLO**
5. **DOCUMENTOS DE REFERENCIA**
6. **RESPONSABILIDADES**
7. **REGISTROS**
8. **ANEXOS**

Autor	SERRA LOPEZ, FRANCISCO JAVIER
Revisor/es	DE ANGELI CULLARI, ESTEBAN
Autorizador/es	GARMENDIA SARDIÑA, LILIANA NOEMI



ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

1. OBJETO

Determinar el contenido de agua en productos de petróleo y materiales bituminosos por destilación.

2. ALCANCE

Laboratorio Refino de CILP

3. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

CILP: Complejo Industrial La Plata

4. DESARROLLO

Este método cubre la determinación de agua en productos de petróleo y materiales bituminosos en un rango de 0 a 25% en volumen.

Resumen:

El material a ser ensayado es calentado bajo reflujo con un solvente inmiscible en agua, el cual codestila con el agua en la muestra. El solvente condensado y el agua son continuamente separados en una trampa: el agua queda en la sección graduada de la trampa y el solvente retorna al balón de destilación.

Significado y Uso:

Un conocimiento del contenido de agua de los productos de petróleo es importante en los procesos de refinación y en la compra, venta, y transferencia de productos.



ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

La cantidad de agua como se determina por esta Instrucción (con aprox. de 0.05 ó 0.1% Vol dependiendo del tamaño de trampa empleada) puede utilizarse para corregir el volumen involucrado en la transferencia de producto.

Solvente de arrastre.

Debe utilizarse un solvente de arrastre apropiado para el material a ser ensayado (Ver Anexo 3).

- 1.- Solvente aromático - Los siguientes son aceptables:
 - a) Xileno grado industrial (Advertencia: Inflamable. Vapores nocivos)
 - b) Una mezcla de 20% (Vol) de tolueno grado industrial y 80% (Vol) de xileno grado industrial (Advertencia: Inflamable. Vapores nocivos)
- 2.- Solventes destilados de petróleo - Con un 5% destilando entre 90 y 100 °C y 90% destilando por debajo de 210°C (Advertencia: Inflamable. Vapores nocivos)
- 3.- Solventes volátiles - son aceptables :
 - a) con rango de ebullición entre 100 y 120°C (Advertencia: Inflamable. Vapores nocivos)
 - b) Isooctano de 95% o más de pureza (Advertencia: Extremadamente iInflamable. Nocivo si es inhalado. Vapores pueden causar fuego)

Blanco del solvente: Se debe determinar el contenido de agua en el solvente destilando una cantidad equivalente del mismo solvente utilizado para ensayar la muestra, en el mismo aparato de destilación y siguiendo los lineamientos de este instructivo.

Aparatos:

Ver Anexo 1 y Anexo 2.

Pasos a seguir:

- 1.- Medir una adecuada cantidad de muestra con una exactitud de +/- 1% y transferir al balón.
- 2.- Medir las muestras líquidas con una probeta graduada de volumen apropiado. Enjuagar la probeta con una porción de 50 ml del solvente elegido y luego con dos porciones más de 25 ml e incorporar al balón.
- 3.- Pesar las muestras sólidas o viscosas directamente en el balón y agregar 100 ml del solvente seleccionado. En el caso de muestras con bajo contenido de agua cuando deben utilizarse muestras grandes, puede ser necesario utilizar un volumen de solvente superior a los 100 ml.
- 4.- Puede ser necesario agregar bolitas de vidrio u otro regulador de ebullición para evitar proyecciones.
- 5.- Armar el equipo como se muestra en el Anexo, eligiendo la trampa según el contenido de agua esperado en la muestra. El tubo condensador y la trampa deben estar químicamente limpios para asegurar el libre drenaje de agua en la parte inferior de la trampa.



ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

Colocar un trozo de algodón flojo en la parte superior del condensador para evitar la condensación de la humedad atmosférica dentro del mismo. Hacer circular agua fría a través de la camisa del condensador.

- 6.- Aplicar calentamiento al balón, ajustando la velocidad de ebullición de manera tal que el condensado descargue desde el condensador a una velocidad de 2 a 5 gotas por segundo.

Continuar la destilación hasta que no queda agua visible en ninguna parte del equipo excepto en la trampa, y el volumen de agua en la trampa permanece constante durante 5 minutos.

Si hay un anillo persistente de agua en el tubo condensador, cuidadosamente incrementar la velocidad de destilación o cortar el agua del condensador por unos pocos minutos.

Cuando la evolución de agua se ha completado:

- 7.- Dejar enfriar la trampa y su contenido a temperatura ambiente.

Empujar toda gota de agua adherida a las paredes de la trampa con una varilla de vidrio o algún otro medio adecuado y transferirlas a la capa acuosa.

Leer el volumen de agua en la trampa.

- 8.- Realizar un blanco del solvente siguiendo el procedimiento.

Cálculos:

Calcular el contenido de agua en la muestra como %P o %Vol, de acuerdo con la base sobre la que fue tomada la muestra, como sigue.

$$\text{Agua \%} = \frac{(V - Vb)}{W} \times 100$$

donde:

V = volumen de agua en la trampa

Vb = vol de agua en el blanco del solvente

W = peso o volumen de la muestra

El material soluble en agua que se volatiliza, si está presente puede ser medido como agua.

Informar los resultados como contenido de agua con aproximación de 0.05% si la trampa es de 2 ml, y con aprox de 0.1 % si la trampa es de 10 ó 25 ml, con 100 ml ó 100 g de muestra.

Precisión:

El criterio aquí descripto debe ser utilizado cuando se emplean trampas de 10 ó 25 ml.

La precisión cuando se usan trampas de 2 ml, no ha sido establecida.

Agua recolectada, ml

0.0 - 1.0

1.1 - 25

Repetibilidad

0.1

0.1 ó 2% de la media,
cualquiera sea el más
grande.

Reproducibilidad

0.2

0.2 ó 10% de la media,
cualquiera sea el más grande.



ANEXO 6.1.1

***C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos
por Destilación***

5. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Método ASTM D 95

6. RESPONSABILIDADES

Todo el personal del Laboratorio que realice el ensayo debe ajustarse a la presente Instrucción.

7. REGISTROS

Ver C.C. – Inspección y Ensayo



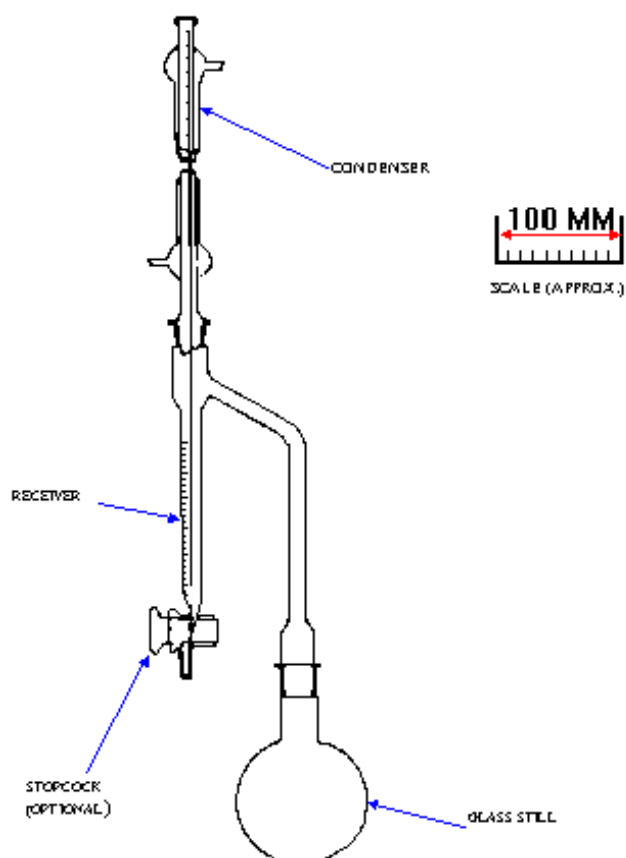
ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

8. ANEXOS

- Anexo 1
- Anexo 2
- Anexo 3
- Anexo 4

ANEXO 1



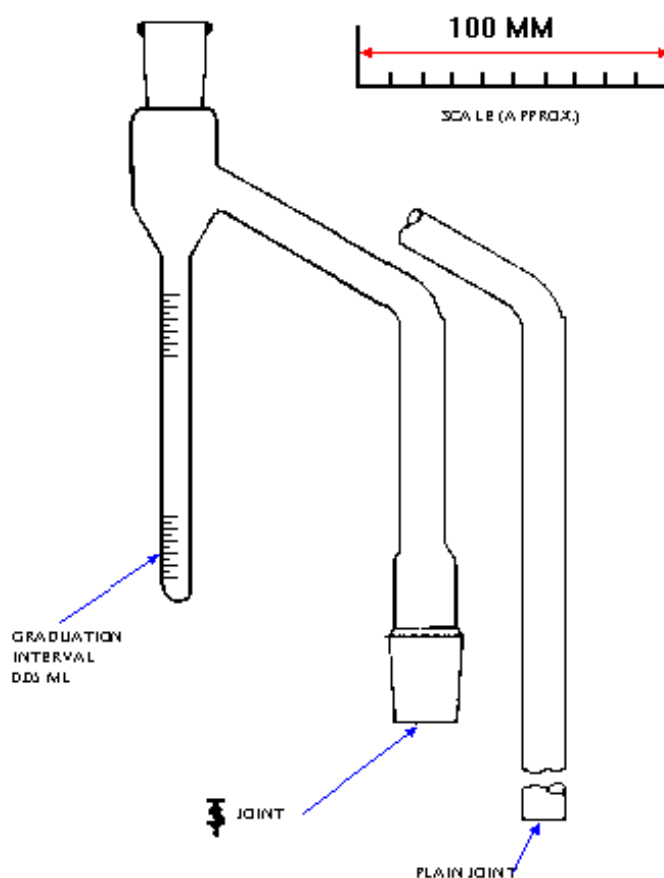
Typical Assembly Glass Still (Dean and Stark)



ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

ANEXO 2



Two-millilitre Receiver Showing Alternative Connections to Glass Still

ANEXO 3

TABLA : Tipo de Solvente-Carrier líquido versus tipo de muestra a ensayar

Tipo de Solvente-Carrier líquido	Tipo de muestra a ensayar
Arómaticos	asfáltos, alquitrán, asfáltos líquidos
Destilado de petróleo	fuel-oil, aceites lubricantes, sulfonados de petróleo
Solventes Volátiles	grasa lubricante



ANEXO 6.1.1

C.C. - Agua en productos de Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación

No hay archivos anexos. ANEXO 4

No hay archivos anexos.

TABLE 2 Specifications and Sizes of Traps

Description							
Style	Top of Graduated Tube	Bottom of Graduated Tube	Bottom of Vapor Tube	Size of Trap mL	Range mL	Smallest Scale Division, mL	Scale Error Maximum, mL
A	ST Joint	Conical	ST Joint	10	0 to 1.0	0.1	0.05
					>1.0 to 10.0	0.2	0.1
B	ST Joint	Conical	ST Joint	25	0 to 1.0	0.1	0.05
C	ST Joint	Conical	Plain	25	>1.0 to 25	0.2	0.1
D	ST Joint	Conical	Plain	25	1.0 to 25	0.2	0.1
E	ST Joint	Round	ST Joint	5	0 to 5.0	0.1	0.05
				5	0 to 5.0	0.05	0.025
				10	0 to 10.0	0.1	0.1
F	ST Joint	Round	ST Joint	2	0 to 2.0	0.05	0.025