



---

ANEXO 6.1.2 CILP-INS\_-1152

***C.C. - Azufre en productos de Petróleo por Rayos X***

---

**CONTENIDO**

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

---

<b>Autor</b>	SERRA LOPEZ, FRANCISCO JAVIER
<b>Revisor/es</b>	DE ANGELI CULLARI, ESTEBAN
<b>Autorizador/es</b>	MUSICCO GALABI, JUAN DOMINGO

---



## **ANEXO 6.1.2 CILP-INS\_-1152**

# ***C.C. - Azufre en productos de Petróleo por Rayos X***

## **1. OBJETO**

Determinar el contenido de azufre en productos de petróleo, tales como gas oil, Jet A1, bases lubricantes, naftas sin plomo, crudos, etc., en un rango de concentraciones de 0.015 a 5.00% en peso, utilizando el equipo VQ 2265.

## **2. ALCANCE**

Laboratorio Refino de CILP

## **3. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS**

*CILP: Complejo Industrial La Plata*

## **4. DESARROLLO**

### **Resumen de la Instrucción:**

La muestra es colocada en el rayo emitido de una fuente de rayos X. La energía de excitación puede ser derivada de una fuente radioactiva o de un tubo de rayos X. Se mide la radiación X característica excitada resultante y se compara el conteo acumulado con las cuentas de muestras de calibración previamente preparadas para obtener la concentración de azufre en % en peso.

### **Significado y uso:**

Este método proporciona una manera rápida y precisa de medir el azufre total en productos de petróleo con una mínima preparación de muestra. Un tiempo de análisis típico es de 1 a 5 minutos por muestra.

La calidad de muchos productos de petróleo está relacionada con la cantidad de azufre



## ANEXO 6.1.2 CILP-INS\_-1152

### ***C.C. - Azufre en productos de Petróleo por Rayos X***

presente. El conocimiento de la concentración de azufre es también necesario a los efectos de procesamiento. Hay también regulaciones que restringen el contenido de azufre en algunos combustibles.

#### **Interferencias:**

Cuando algún elemento o elementos componentes de la muestra emiten Rayos X que el detector no puede diferenciar de la emisión de Rayos X del azufre, surgen interferencias espectrales. Como resultado se producen picos espectrales que se superponen unos con otros. Las interferencias espectrales pueden ser mayores en muestras que contienen agua,, alquilos de plomo, silicio, fósforo, calcio, potasio, y haluros, si están presentes en concentraciones mayores que un décimo de la concentración de azufre medida o superiores a unos pocos cientos de mg/kg. Es necesario consultar las instrucciones del fabricante del equipo para datos específicos de interferencia.

#### **Aparatos y Materiales:**

Equipo de Rayos X, VQ 2265

Cápsulas para muestras, resistentes al ataque químico y que cumplan los requerimientos geométricos del espectrómetro.

Si se usan cápsulas reutilizables, limpiarlas y secarlas antes de su uso. En una cápsula reutilizada se requiere una nueva porción de film transparente antes de analizar la muestra. Evitar tocar el interior de la celda de muestra o la porción de ventana en la celda o de ventana del instrumento que está expuesta a los Rx. La grasa de las huellas digitales pueden afectar a la lectura cuando se analizan bajos niveles de azufre. Los pliegues en el film afectarán la intensidad de los Rayos X del azufre transmitida. Por ello es esencial que el film esté tirante y limpio para asegurar resultados veraces. El analizador necesitará recalibración si se varía el espesor del film de la ventana.

En los films de poliéster se han encontrado impurezas o variaciones de espesor que pueden afectar a la medida de bajos niveles de azufre y pueden variar de lote en lote. Por eso se verificará la calibración cada vez que se empieza un nuevo rollo de este film

Film transparente a los Rayos X, puede utilizarse cualquier film que resista el ataque de la muestra, esté libre de azufre y sea suficientemente transparente a los rayos X. Los films que se han encontrado adecuados son poliéster, polipropileno, policarbonato y poliamida.

Las muestras con alto contenido de aromáticos pueden disolver los films de poliéster y policarbonato. En estos casos pueden usarse otros materiales para las ventanas de RX, asegurándose de que no contienen impurezas de elementos. Un material opcional para la ventana es una película de poliamida. Aunque la película de poliamida absorbe los rayos X más que otro films, puede ser un material preferido para la ventana ya que es mucho más resistente al ataque químico de los aromáticos y presenta mayor resistencia mecánica.

#### **Pasos a seguir:**

Para trabajar con el equipo de rayos X, proceder de la siguiente forma:

Encender el equipo ( primero la pantalla)

Tipear Fe - 55 (corresponde al azufre).

La pantalla comienza a parpadear. Presionar cualquier tecla. Seleccionar ANALYSIS y presionar ENTER.

Aparece un listado en la pantalla. Seleccionar la curva de azufre correspondiente al



## ANEXO 6.1.2 CILP-INS\_-1152

### ***C.C. - Azufre en productos de Petróleo por Rayos X***

producto a analizar. Suspender allí para cargar la muestra.  
Tomar una cápsula para cargar la muestra. Estos recipientes son descartables. Llenar la cápsula con la muestra a analizar hasta la marca.  
Tomar un trozo de film de polietileno y tapar.  
Fijar el film colocando el anillo fino hasta la base y luego el grueso con el reborde más grande hacia abajo.  
Invertir sobre papel absorbente y constatar que no hay pérdidas.  
Colocarlo invertido en la fuente (previamente retirar el disco metálico) y cerrar.  
Volver a la pantalla, seleccionar la curva de azufre correspondiente al producto que se está analizando y presionar ENTER.  
En la pantalla aparecerá NAME. Colocar el nombre de la muestra y presionar ENTER  
La pantalla indica presionar START. En el renglón inferior se ve que corresponde al N° 1.  
Presionar entonces F1.  
Aparece en la pantalla Measurement in Progress (Se está realizando la medición). En el ángulo superior derecho se observa el tiempo (TIME), que va disminuyendo. Cuando llega a cero, concluye el ensayo  
En ASSAY, se observa el contenido de azufre de la muestra, expresado en % en peso.  
Presionar dos veces F8 para salir.

#### **Análisis de azufre en muestras de carbón de petróleo:**

La muestra a cargar en la cápsula debe pasar tamiz malla 60.  
Las muestras provenientes de COPETRO son recepcionadas con la granulometría adecuada.

#### **Informe:**

La unidad de concentración preferida para informar el contenido total de azufre es % en peso, aunque los resultados pueden también informarse en otras unidades SI tal como mg/Kg. Redondear los resultados a tres cifras significativas.

#### **Precisión:**

$$\text{Repetibilidad} \\ 0.4347 \times X^{0.6446} \text{ mg/kg}$$

$$\text{Reproducibilidad} \\ 1.9182 \times X^{0.6446} \text{ mg/kg}$$

donde X es la concentración de azufre en mg/kg

Para Diesel:

$$r = 1.6658 \times X^{0.3300} \text{ mg/kg}$$

$$R = 8.9798 \times X^{0.3300} \text{ mg/kg}$$

Para gasolina:

$$r = 1.4477 \times X^{0.3661} \text{ mg/kg}$$



---

**ANEXO 6.1.2 CILP-INS\_-1152**

***C.C. - Azufre en productos de Petróleo por Rayos X***

---

$$R = 7.1295 X^{0.3661} \text{ mg/kg}$$

**5. DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

Método ASTM D 4294

**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

**8. ANEXOS**

No contiene

No Aplica.

No Aplica.