



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

CONTENIDO

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

Autor	SERRA, FRANCISCO JAVIER
Revisor/es	DE ANGELI, ESTEBAN
Autorizador/es	MUSICCO, JUAN DOMINGO



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

1. OBJETO

Determinar las cenizas en un rango de 0.001 a 0.180 % peso de productos de petróleo: destilados, fuels, combustibles de turbina, aceites lubricantes, parafinas, etc. en los cuales la presencia de algunos materiales formadores de cenizas son normalmente considerados impurezas indeseables o contaminantes.

2. ALCANCE

Laboratorio Refino de CILP

3. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

CILP: Complejo Industrial La Plata

4. DESARROLLO

Este procedimiento está limitado para productos de petróleo sin el agregado de aditivos formadores de cenizas, incluyendo ciertos compuestos de fósforo.

4.1 SEGURIDAD:

Realizar el análisis utilizando los siguientes elementos de protección personal: guardapolvo o camisa y pantalón (ignífugo), guantes apropiados, pinzas extensoras, lentes y calzado de seguridad.

Advertencia: Durante este ensayo se trabaja y manipulan elementos con



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

temperaturas superiores a los 700°C que pueden causar severas quemaduras.

4.2 Resumen:

La muestra, contenida en un recipiente adecuado, se enciende y se deja quemar hasta que sólo queden cenizas y carbón.

El residuo carbonoso se reduce a cenizas por calentamiento en una mufla a 775°C. Se deja enfriar y se pesa.

4.3 Significado y uso:

El conocimiento de la cantidad de materiales formadores de cenizas presentes en un producto puede proveer información sobre si un producto es adecuado o no para una aplicación dada. Las cenizas pueden resultar de compuestos metálicos solubles en agua o el producto orgánico, o de sólidos extraños tales como lodos, polvo, etc.

4.4 Aparatos:

Cápsula de platino, sílica o porcelana, de 90 a 120 ml de capacidad.

Mufla, capaz de mantener la temp. a 775 +/- 25°C y preferiblemente con adecuadas aperturas en el frente y parte posterior, de modo de permitir el pasaje lento y natural de una corriente de aire a través de ella.

Mechero Meeker

4.5 Reactivos:

2-propanol

(Advertencia: Inflamable, puede ser explosivo cuando es evaporado a sequedad o cercano a ella)

Tolueno

(Advertencia: Inflamable, tóxico)

4.6 Pasos a seguir:

1. Calentar la cápsula a 700 u 800°C durante 10 min o más.
2. Enfriar a temp. ambiente en un desecador (no conteniendo agente desecante) y pesar, tan pronto como esté frío, con aprox. de 0.1 mg.
Cuando la muestra es suficientemente móvil, mezclar completamente antes de pesar. El mezclado es necesario para distribuir finos de catalizador y otros materiales particulados que puedan estar presentes. La muestra debe resultar homogénea. Si no resulta satisfactoriamente homogénea rechazarla y obtener una nueva.
Cuando la muestra es viscosa o sólida a temperatura ambiente, calentar el contenedor cuidadosamente hasta que la muestra se vuelva líquida y mezclar cuidadosamente. se puede utilizar una estufa a una temperatura apropiada.
La cantidad de muestra deberá tomarse de acuerdo al contenido de cenizas esperado. Referirse a la Tabla 1.

Tabla 1



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

Cenizas esperadas (% P)	Especimen de ensayo (g)	Cenizas (mg)
0.18	11	20
0.10	20	20
0.05	40	20
0.04	50	20
0.02	100	20
0.01	100	10
0.001	100	1

3. El procedimiento de pesada depende de si la muestra requiere o no calentamiento y si se tiene que pesar más de una porción.

Pesar la muestra con aprox. de 0.1 gramo para producir no más de 20 mg de cenizas.

Obtener la cantidad de muestra de la diferencia entre el peso final e inicial del contenedor de muestra pesado a temperatura ambiente. Si una pesada es suficiente proceder con las etapas 4 a 10.

Si más de una adición es requerida permitir que la cápsula o crisol se enfríen a temp ambiente antes de agregar más muestra y luego proceder con las etapas 4 a 10.

4. Cuidadosamente calentar la cápsula con la muestra hasta que el contenido pueda ser encendido con una llama. Mantener a una temp tal que la muestra pueda continuar quemando a una velocidad uniforme y moderada, dejando sólo un residuo carbonoso cuando termina de quemarse.

Avertencia: La muestra puede contener agua, lo cual puede provocar proyecciones; por lo tanto el operador deberá trabajar bajo campana y utilizando elementos de protección personal adecuados tales como anteojos de seguridad y guantes

- Si la muestra tiene humedad y se producen salpicaduras, perdiéndose material: Descartar.
A una segunda muestra agregarle 2 ± 1 ml de isopropanol antes de calentar.

Si el resultado no es satisfactorio:

5. Agregar 10 ± 1 ml de una mezcla en partes iguales de isopropanol y tolueno ($50 \pm 5\%$ de cada uno)
6. Mezclar bien. Proceder como se indica en 4.

Advertencia: La vigilancia del operador en el proceso de quemado es mandatoria. En ningún caso las muestras pueden ser dejadas sin atención cuando se están quemando.

7. Algunas muestras requerirán un calentamiento extra después de que el quemado ha cesado , particularmente muestras de productos pesados tales como fuel marino, forman costras sobre material no quemado. Estas costras pueden romperse con una



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

varilla de vidrio . Si queda algo adherido a la varilla puede ser retornado a la cápsula utilizando una lámina de papel de filtro sin cenizas. Quemar luego la muestra remanente.

Los materiales más pesados tienden a formar espuma , por lo tanto el operador debe actuar con considerable cuidado. Los sobrecalentamientos deben ser evitados . la llama nunca debe ser más alta que el borde de la cápsula .

8. Calentar el residuo en la mufla a $775 \pm 25^{\circ}\text{C}$ hasta que el material carbonoso ha desaparecido. Enfriar a temp. ambiente en un recipiente adecuado (sin agente desecante). Pesar con aprox. de 0.1 mg.

9. Volver a calentar en la mufla por al menos 20 minutos , enfriar y pesar.

10. Repetir hasta que dos pesadas sucesivas no difieran en más de 0.5 mg.

4.7 Cálculos:

$$\text{Cenizas \% P} = (w/W) \times 100$$

donde:

w = peso de cenizas, g.

W = peso de muestra, g.

4.8 Informe:

Informar los resultados con 3 decimales.

4.9 Precisión:

Cenizas, % P	Repetibilidad	Reproducibilidad
0.001 a 0.079	0.003	0.005
0.080 a 0.180	0.007	0.024

5. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Método ASTM D 482



ANEXO 6.1.3

C.C. - Contenido de Cenizas en Productos de Petróleo

6. RESPONSABILIDADES

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

7. REGISTROS

Los resultados de los ensayos son registrados por LIMS, según documento CILP-RC__-14 Registros de calidad del Laboratorio

8. ANEXOS

No contiene

No posee.

No posee.