

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

ASTM D 1266: 2010  
(Publicada por la ASTM en 1998)

---

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO  
ESTÁNDAR PARA AZUFRE EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO  
(MÉTODO LÁMPARA)  
(ASTM D 1266:1998, IDT)**

Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)

---

ICS: 75.160.20

1. Edición    Diciembre 2010  
**REPRODUCCIÓN PROHIBIDA**

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: [nc@ncnorma.cu](mailto:nc@ncnorma.cu); Sitio Web: [www.nc.cubaindustria.cu](http://www.nc.cubaindustria.cu)



Cuban National Bureau of Standards

## **Prefacio**

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

### **Esta Norma Cubana:**

- Ha sido elaborada por el comité técnico de normalización designado NC/CTN-48 "Industria de Petróleo" integrado por representantes de las siguientes entidades:
  - Unión Cupet
  - Unión Nacional Eléctrica
  - Oficina Nacional de Normalización
  - Instituto de la Aeronáutica Civil
  - Ministerio de la Industria Básica
  - Ministerio del Transporte
  - Ministerio del Interior
  - Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
  - Ministerio de la Construcción
- Sustituye la NC 33-76 Determinación de contenido de azufre por combustión en lámpara.
- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la norma ASTM D 1266-98 (reaprobada en el 2003) Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)
- Consta de los anexos A1, A2 y A3 (normativo).

### **© NC, 2010**

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC)**

**Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba.**

## Índice

1. Alcance .....	5
2. Documentos de referencia .....	6
3. Sumario del método de ensayo .....	6
4. Significado y uso .....	8
5. Aparatos.....	8
Figura 2- diagrama esquemático del suministrador múltiple de $\text{CO}_2\text{-O}_2$ y el sistema de la lámpara.....	9
6. Reactivos y materiales .....	9
7. Preparación del aparato.....	11
8. Control de la combustión .....	12
9. Procedimientos para combustión directa de muestras líquidas. (vea también anexo a2) 14	
Tabla 1 tamaño de muestras para la combustión directa de muestras líquidas .....	14
Tabla 2- tamaño de muestras para el análisis de muestras líquidas mezcladas.....	16
10. Procedimiento para mezclas y combustión de muestras líquidas.....	16
11. Valoración de la solución absorbente.....	16
12. Cálculos.....	17
13. Reporte .....	18
14. Control de la calidad.....	18
15. Presión y sesgo.....	18
16. Palabras claves .....	19

Anexo a1..... 20

Método de ensayo para ensayar cuantitativamente trazas de azufre ..... 20

Anexo a2..... 27

Combustión de la muestra en aire, final gravimétrico ..... 27

Figura a 2.1 diagrama esquemático del múltiple suministrador de aire purificado y el sistema de lámparas. .... 28

Tabla a 2.1 tamaño de muestra para quemado con aire de muestras líquidas..... 29

Anexo a3..... 31

Detalles del aparato ..... 31

Figura. A3.1 dibujo detallado del aparato de combustión y absorción ..... 32

## MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA AZUFRE EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO (MÉTODO LÁMPARA)

### 1 Alcance

Este método de ensayo cubre la determinación de azufre total en productos líquidos del petróleo en concentración a partir de 0.01 hasta 0.4% en masa (Nota 1) Un procedimiento de análisis de sulfato especial es descrito en el anexo A1 que permite la determinación de azufre en concentraciones tan bajas como 5 mg/kg.

**Nota 1-** El método lámpara comparable para la determinación de azufre en gas licuado del petróleo es descrito en el método de ensayo D-2784. Para la determinación de azufre en productos pesados de petróleo que no puedan ser quemados en una lámpara, vea el método bomba (Método de Ensayo D-129) el método tubo de cuarzo (IP 63), o el método de alta temperatura (Método de Ensayo D-1552).

El procedimiento de quemado directo (Sección 9) es aplicable al análisis de materiales tales como gasolina, queroseno, nafta y otros líquidos que pueden ser completamente quemado en una lámpara. El procedimiento de mezclado (Sección 10) es aplicable al análisis de gasóleo y combustibles destilados, ácidos nafténicos, fenoles alquilados, productos del petróleo de alto contenido de azufre y otros materiales que no pueden ser satisfactoriamente quemados por el procedimiento de quemado directo.

Los Compuestos de fósforo normalmente presentes en la gasolina comercial no interfieren. Una corrección es hecha para pequeñas cantidades de ácidos resultantes de la combustión de los compuestos de plomo antidetonantes en las gasolinas. Apreciables concentraciones de elementos formadores de ácidos o formadores de base de otras fuentes interfieren cuando el procedimiento de valoración es empleado, sino se han hecho las correcciones adecuadas para estos casos.

Los valores en unidades del SI serán considerados como norma.

Esta norma no abarca todas las medidas de seguridad asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas de salud y seguridad apropiadas y determinar la aplicabilidad de las regulaciones antes del uso

**2 Documentos de Referencia**

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, solo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda)

**2.1 Normas ASTM**

D 129 Métodos de ensayo para Azufre en Productos del Petróleo (Método General de la bomba)

D 1193 Especificaciones para Agua Reactivo.

D 1229 Método de Ensayo para Propiedades de la Goma – Compresión a baja temperatura.

D 1552 Métodos de Ensayo para Azufre en Productos del Petróleo (Método de Alta Temperatura).

D 2784 Método de Ensayo para Azufre en Gases Licuados del Petróleo (Quemador Oxi-Hidrógeno o Lámpara).

E 11 Especificación para alambres tejidos y tamices para propósitos de ensayo

**2.2 Normas del Instituto del Petróleo:**

IP 63 Contenido de Azufre--El Método del tubo de cuarzo.

**3 Sumario del Método de Ensayo**

**3.1** La muestra es quemada en un sistema cerrado, usando una lámpara apropiada (Fig. 1), en una atmósfera artificial compuesta de 70 % de dióxido de carbono y 30 % de oxígeno, para prevenir la formación de óxidos de nitrógeno. Los óxidos de azufre son absorbidos y oxidados a ácido sulfúrico por medio de una solución de peróxido de hidrógeno la cual es entonces agitada con aire para remover el dióxido de carbono disuelto. El azufre como sulfato en el absorbente es determinado acidimétricamente por valoración con solución estándar de hidróxido de sodio, o gravimétricamente por precipitación con sulfato de bario (Ver Anexo A2).

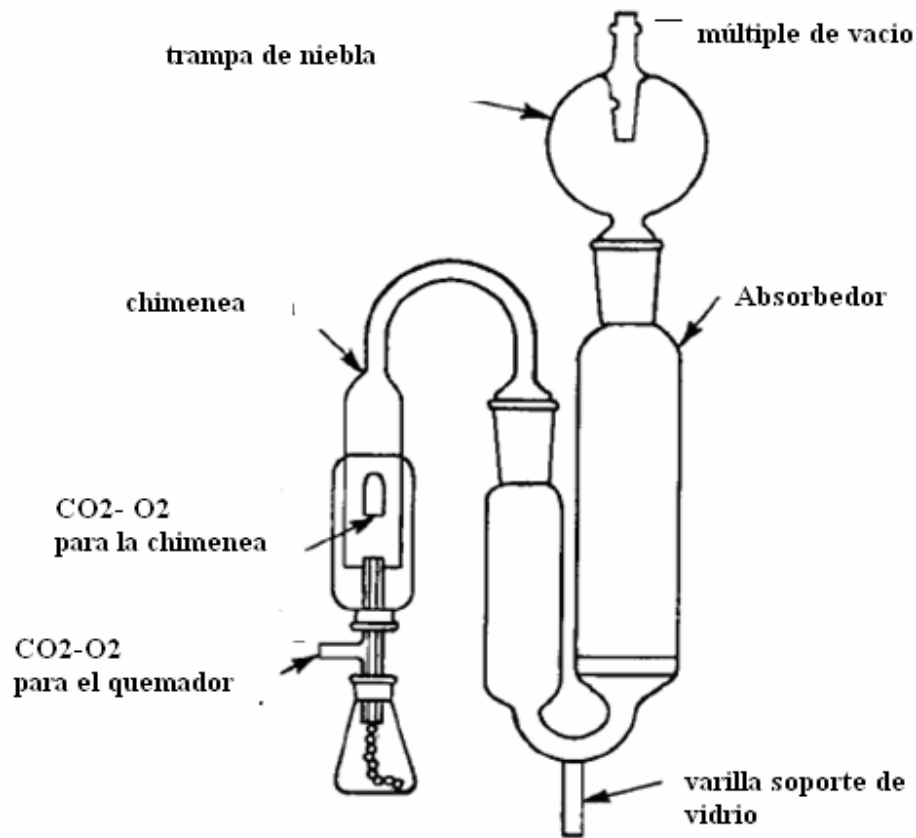


Figura 1 — Dibujo ilustrativo de la unidad de lámpara ensamblada

**3.2** Alternativamente, la muestra puede ser quemada en aire, el azufre como sulfato en el adsorbente siendo determinado por precipitación de sulfato de bario por pesada. (Ver Anexo A2).

**Nota 2** - En la ausencia de elementos formadores de ácido o elementos formadores de base, diferentes del azufre, los resultados por finales volumétricos y gravimétricos descritos son equivalentes dentro del límite de precisión del método.

**3.3** Para contenido de azufre por debajo de 0.01 % en masa es necesario determinar el contenido de sulfato en la solución del absorbedor turbidimétricamente como sulfato de bario (Ver Anexo A1).

## 4 Significado y Uso

**4.1** Este método de ensayo proporciona un medio para monitorear el nivel de azufre de varios productos del petróleo y aditivos. Este conocimiento puede ser usado para predecir el rendimiento, el manejo o propiedades de procesamiento. En algunos casos la presencia de componentes de azufre es beneficiosa para los productos y el monitoreo del agotamiento de los compuestos de azufre proporciona una información útil. En otros casos la presencia de compuestos de azufre es perjudicial para el proceso o uso del producto.

## 5 Aparatos

**5.1** Absorbedores, Chimeneas, Lámparas, y Trampas de niebla (Figura1), Con los requerimientos descritos en detalle en el anexo A3. El frasco estándar y el quemador como se muestra (Figura A3.1) no es adecuado para quemar mezclas altamente aromáticas sin mezclar. El frasco y el quemador para muestras aromáticas (Figura A3.1) permiten quemar estas muestras directamente sin mezclar y pueden ser utilizados para quemar muestras no aromáticas, con esta lámpara, se requiere una segunda abertura con válvula de control en el múltiple del quemador.

**5.2** Mecha de algodón- Hilo de algodón blanco torcido de buena calidad, limpio, uniforme y sin uso. Para el quemador que quema muestras aromáticas use mechas de grado comercial fino de fibra larga y punto fino.

**5.3** Sistema Múltiple, consiste en un múltiple de vacío con dispositivo de regulación, válvulas, etc (Figura 2) y un múltiple doble (quemador y chimenea) que suministra una mezcla gaseosa de aproximadamente 70% de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y 30 % de oxígeno (O<sub>2</sub>) a presión regulada. El múltiple de vacío será conectado a una bomba de capacidad suficiente para permitir un flujo de gas de aproximadamente de 3 L/min a través de cada adsorbente y para mantener una presión constante en el múltiple de presión de aproximadamente 40 cm de agua por debajo de la presión atmosférica. La mezcla de gas en el múltiple de la chimenea será mantenida a una presión constante de 1 a 2 cm de agua y el múltiple del quemador a aproximadamente 20 cm de agua. Una configuración adecuada se muestra en la Figura 2 y se describe en el Anexo A3, pero cualquier sistema similar puede ser usado. Las modificaciones del múltiple y del equipo asociado para quemado de muestras en el aire, son mostrados en la Figura A2.1 y se describe en el Anexo A2.



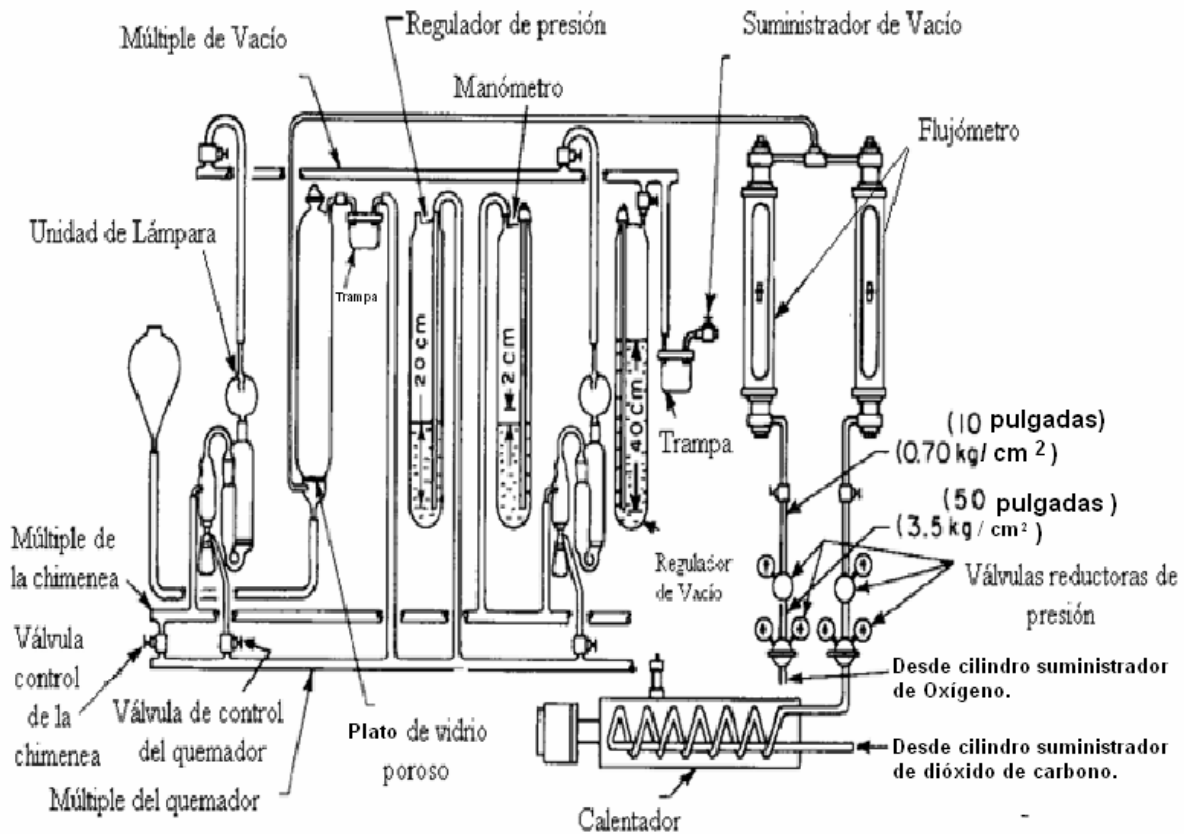


Figura 2 — Diagrama Esquemático del suministrador múltiple de  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  y el Sistema de la lámpara

## 6 Reactivos y Materiales

**6.1 Pureza de los Reactivos-** En todo el ensayo será usado reactivos de grado químico. A menos que se indique de otra manera, todos los reactivos deben estar conforme a las Especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química donde tales especificaciones están disponibles. Otros grados pueden ser usados siempre que se demuestre primero que el reactivo es de pureza suficientemente alta para permitir su uso sin afectar la exactitud de la determinación.

**6.2 Pureza del Agua-** A menos que se indique de otra manera, la referencia al agua será entendida como agua reactiva como la definida por tipo II y III de la Especificación D 1193.

**6.3 Dióxido de Carbono y Oxígeno-** El dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y el oxígeno (O<sub>2</sub>) deben estar al menos con un 99.5% de pureza. Estos gases cumplirán los requerimientos de 9.5.

**6.4 Diluyente-** El diluyente usado debe tener un contenido de azufre menor que 0,001 % en peso, ser completamente miscible con la muestra a ser analizada y permitir quemarse a una velocidad moderada sin llegar a ahumarse. Se ha encontrado apropiados el normal heptano, isooctano, y alcohol etílico absoluto (Nota 9).

**6.5 Ácido clorhídrico (1+10)-** Mezcle un volumen de ácido clorhídrico concentrado (HCl, densidad relativa 1.19) con 10 volumen de agua.

**6.6 Solución de Peróxido de Hidrogeno (1+19)-** Mezcle un volumen de peróxido de hidrogeno concentrado (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30 %) con 19 volúmenes de agua. Almacene en un frasco oscuro tapado.

**6.7 Indicador metil púrpura-**Solución acuosa conteniendo aproximadamente 0.1% del constituyente activo (No metil violeta).

**6.8 Solución de Hidróxido de Sodio (100 g/L)-** Disuelva 100g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua y diluya a 1L.

**6.9 Solución estándar de Hidróxido de Sodio (0.05 M)-** Diluya 2,8 mL de solución saturada de NaOH a 1 L (Nota 3), usando para este propósito la solución saturada transparente decantada después de un tiempo de reposo suficiente para permitir que cualquier precipitado sedimente. Estandarice por valoración contra el ácido patrón, usando el indicador metil púrpura. Almacene en una botella de vidrio resistente al álcali y protegida para minimizar la contaminación por CO<sub>2</sub> del aire. Use solamente tubería de caucho puro para la conexión entre la botella de solución y la bureta.

**Nota 3:** El cálculo de los resultados puede ser simplificado por el ajuste de la molaridad de la solución de NaOH a  $0.0624 \pm 0.0001$ . Entonces 1mL de solución de NaOH será equivalente a 0,0010 g de Azufre. En este caso, el factor 16.03 M en el cálculo se convierte a 1.000. (Vea\_12.1)

6.10 Muestras de Control de la Calidad (QC), preferiblemente son porciones de uno o más materiales líquidos del petróleo o productos estándar de contenido de azufre conocido que no fueron usados en la generación de la curva de calibración del instrumento. Estas muestras (CQ) son usadas para chequear la validez del proceso de ensayo como se describe en la Sección 12. Un amplio abastecimiento de materiales de muestras de CQ estará disponible por el período deseado de uso, y debe ser homogéneo y estable bajo las condiciones de almacenamiento anticipadas.

## 7 Preparación del aparato

7.1 Cuando el aparato es ensamblado por primera vez, cargue el absorbedor con  $30 \pm 2$  mL de agua. Ajuste las válvulas individuales entre el múltiple vacío y la trampa de niebla para que aproximadamente 3 L de aire por minuto sean pasado a través de cada absorbedor cuando el orificio de salida de la chimenea esté abierto a la atmósfera, mientras que se mantiene la presión en el múltiple de vacío a aproximadamente 40 cm de agua por debajo de la presión atmosférica. Cuando todos los ajustes se hayan hecho, remueva el agua del absorbedor. La altura del líquido en los reguladores de presión y vacío se indica en la Figura 2 y durante la operación un flujo lento de gas debe ser mantenido en este.

**Nota 4** En el uso, coloque de 300 a 400 mL de solución de peróxido de hidrógeno (1+19) en el purificador de gas. Puesto que el manómetro también sirve como purificador de gas al final del ensayo elimine el  $\text{CO}_2$  a partir del absorbente use la solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1+19) como líquido manométrico. Reemplace semanalmente o cuando el volumen sea apreciablemente menor que el original.

7.2 Neutralice la solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1+19) inmediatamente antes de usarse. Como es necesario 30 mL, transfiera a un beaker múltiple de 30 mL suficiente para el número de absorbedores a ser usados simultáneamente. Agregue una gota de solución indicador metil púrpura para cada 100 mL de solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y entonces agregue algunas gotas de solución de 0,05 N de hidróxido de sodio hasta que el color cambie de púrpura a verde ligero.

7.3 Introduzca  $30 \pm 2$  mL de la solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1+19) recientemente neutralizada dentro del bulbo mayor de cada absorbedor. En adición para cada serie de muestras quemadas, prepare un absorbedor extra para usar como un blanco de control. Ajuste la trampa de niebla y la chimenea y conecte a sus respectivos múltiples por medio de un tubo de goma libre de azufre. Cierre las aberturas de las chimeneas por medio de un corcho o tapón.

**7.4** Con las válvulas de control del quemador cerradas, la válvula del regulador de vacío completamente abierta y la presión en el múltiple de vacío ajustada hasta aproximadamente 40 cm de agua por debajo de la atmosférica, abra el suministrador de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>. (**Advertencia:** Puede resultar una condición peligrosa cuando se interrumpe el suministro de CO<sub>2</sub> y continúa el flujo de O<sub>2</sub> mientras se está quemando la muestra. Se recomienda la instalación adecuada de equipos de advertencia y control). Ajuste las válvulas de control del múltiple de las chimeneas de modo que, a la velocidad de flujo requerida a través de los absorbedores, solamente una pequeña corriente de CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> escape al regulador de presión, una pequeña corriente de aire entre al regulador de vacío y la presión en el múltiple de la chimenea sea de 1 a 2 cm de agua. Puede ser necesario para alcanzar esta condición pequeños ajustes del regulador de vacío y la válvula de control (Nota 5)

**Nota 5** Es conveniente equilibrar el sistema de flujo de gas regulando la presión en el múltiple de vacío. Esto se hace levantando o bajando el tubo de entrada de aire en el regulador de vacío deslizándolo en una manga de goma.

**7.5** Corte la mecha torcida a 30cm de largo. Use el número del largo dictado para la muestra. (vea Sección8); doble la mecha hasta obtener un largo de 15 cm para enhebrar el quemador. Enhebre el número requerido de quemadores insertando los extremos doblados dentro del tope del tubo interior del quemador. Tire de la mecha a través del quemador por medio de un gancho de metal. Corte la mecha tan cerca como sea posible del tope del quemador con un par de tijeras afiladas. Es esencial que se limpie rigurosamente el quemador y se use una nueva mecha para cada ensayo.

## **8 Control de la combustión**

**8.1** La mayoría de las muestras líquidas queman con una llama luminosa amarilla, el tamaño y la forma de la misma dependen del flujo de gas del quemador, la volatilidad del material, de la tensión del ajuste de la mecha en el tubo del quemador y la posición del tope de la mecha en relación al tope del quemador. Es preferible que estas dos últimas variables sean fijas con relación a la primera antes de quemarse, de modo que la llama pueda ser controlada por variación de la velocidad del flujo CO<sub>2</sub> - O<sub>2</sub>.

**8.2** Las muestras muy volátiles requieren de una mecha ajustada fuertemente, el tope de la cual puede necesitar estar varios milímetros debajo del tope del quemador y en los casos extremos

puede ser necesario enfriarla en hielo mientras se quema. Los materiales menos volátiles requieren una mecha más floja y pueden requerir calentamiento.

**8.3** Después de recorta, tire de la mecha hacia abajo hasta que el borde preparado esté al mismo nivel que el quemador a un poco por debajo. Con el quemador para muestras aromáticas, la distancia desde el tope del quemador al tope de la mecha debe tener 8 mm o más para benceno y 4 mm para tolueno, un calentamiento ligero del en la parte superior del quemador puede ser provechoso en el comienzo de la vaporización de los materiales pesados.

**8.4** Al usar las lámparas estándar, encienda la mecha y entonces deje entrar lentamente la atmósfera de combustión al quemador hasta obtener una llama libre de humo. Al usar un quemador para muestras aromáticas, introduzca una pequeña cantidad de atmósfera de combustión dentro del frasco hasta suministrar suficiente vapor para encender el quemador. Después encienda el quemador, introduzca atmósfera de combustión directamente dentro del quemador para prevenir el ahumado y ajuste el tamaño de la llama. Si la llama se apaga accidentalmente, reenciéndala.

**8.5** Es necesario un periodo corto de quemado (1 a 2 min es usualmente suficiente) con la llama a poca altura para permitir que la combustión alcance el equilibrio antes que el tamaño de la llama pueda incrementarse sin causar una llama humeante. En el ajuste de la lámpara estándar, el control completo es el del quemador. Para el quemador para muestras aromáticas, primero ajuste el flujo del gas del frasco y entonces reduzca el flujo de gas al quemador como sea requerido. En cualquier caso, es esencial que la llama queme con suavidad y simétricamente y sin proyecciones en el interior del cono o humo en el borde exterior.

**8.6** La combustión satisfactoria de materiales difíciles para quemar puede lograrse algunas veces incrementando el contenido de O<sub>2</sub> en la atmósfera de combustión. Nunca aumente el contenido de O<sub>2</sub> en la atmósfera de combustión hasta más del 40 %.

**8.7** Antes de apagar la llama, permita a la muestra quemar hasta que el frasco y la mecha muestren sequedad y la llama se haya reducido considerablemente de tamaño, frecuentemente la llama continúa quemando un corto tiempo después que el frasco parezca seco debido a la muestra en la mecha. Por ejemplo, para muestras de gasolina, la cual quema con una llama alta, la llama puede apagarse cuando tenga 3 ó 4 mm de alto. Si se permite que la llama queme

hasta que se extinga, se producen sustancias parcialmente oxidadas (probablemente ácidos orgánicos) por consiguiente, indistintos puntos finales son obtenidos. Cuando las muestras no se queman hasta que el frasco esté aparentemente seco, pueden ser obtenidos resultados erráticos. En el caso de muestras volátiles, cualquier muestra sin quemar puede escaparse del quemador durante la pesada. Cuando el azufre elemental está presente, es particularmente importante que la muestra sea quemada hasta sequedad aparentemente y que la mecha se mantenga pareja al tope del quemador hasta asegurarse de la combustión completa. Con mezclas que contienen hidrocarburos ligeros y pesados, los materiales volátiles parecen quemarse primero, concentrándose posiblemente los compuestos de azufre en el material remanente.

**9 Procedimientos para Combustión Directa de Muestras Líquidas. (Vea también Anexo A2)**

**9.1** Por medio de una pipeta apropiada, introduzca dentro del frasco de cada lámpara una cantidad apropiada de muestra como se indica en la Tabla 1. Tape los frascos con corchos limpios y enumerados. Pese cada frasco y su quemador hasta aproximadamente 0,005 g.

**Tabla 1 — Tamaño de muestras para la combustión directa de muestras líquidas**

Contenido de azufre, por ciento en masa	Tamaño de la muestra	
	g	mL
Bajo 0.05	10 a 15	20
0.05 a 0.4	5 a 10	10

**Nota 6** Aunque los frascos tapados y los quemadores preparados pueden ser pesados separadamente, es usualmente más conveniente colocar cada frasco y su quemador sobre el plato de la balanza y obtener el peso combinado con una pesada simple

**9.2** Manipule cada lámpara individualmente, inserte el quemador en el frasco. Tan pronto como la muestra vaya ascendiendo por acción de la capilaridad al tope de la mecha, conecte el tubo lateral del quemador al múltiple de quemador por medio de un tubo de goma libre de azufre. Encienda el quemador con una llama libre de azufre (semejante a una lámpara de alcohol) e insértelo dentro de la chimenea, apriete cerrando la conexión entre la chimenea y el múltiple de la chimenea durante la inserción si la llama tiende apagarse rápidamente. En igual tiempo, ajuste el flujo de gas al quemador para que la llama se mantenga en punto justo por debajo del

ahumado y tenga una apariencia simétrica fija. Continúe de esta manera hasta que todas las lámparas hayan sido colocadas en sus chimeneas. Haga cualquier ajuste menor de la válvula de control del múltiple de la chimenea que sea necesario para mantener la presión requerida (Ver vea Sección 7). Durante la combustión y particularmente durante la fase posterior cuando la llama llega a ser pequeña, disminuya el suministro de  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  al quemador con el fin de prevenir la extinción de la llama.

**Nota 7:** Cuando ocurra una combustión incompleta, el líquido del absorbedor puede formar espuma en exceso.

**9.3** Cuando cada muestra se ha quemado completamente, evidenciado por la llama pequeña y el agotamiento de la muestra, retire el quemador y el frasco de la chimenea, apague la llama, cierre el suministro de  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  al quemador y tape la abertura de las chimeneas. Inmediatamente pese nuevamente el frasco, el quemador y el corcho enumerado. Cuando la combustión de todas las muestras haya sido completada, cierre el suministro de  $\text{CO}_2\text{-O}_2$ , cierre la válvula de control de la chimenea y cierre la conexión al regulador de vacío; esto causará que el aire sea extraído del múltiple de la chimenea a través del manómetro. Permita al aire pasar a través de los absorbedores por 5 minutos para de esta manera remover el  $\text{CO}_2$  disuelto en el absorbente, entonces cierre la válvula de control de vacío.

**Nota 8:** Si se desea conservar la atmósfera de combustión, el flujo a través de cada absorbedor individual puede ser cerrado al completarse el período de combustión. Al concluir esto quite la pinza que cerraba el tubo de goma conectando la trampa de niebla al múltiple de vacío, reduzca el flujo de los gases mezclado en el rotámetro proporcionalmente y reajuste la válvula de control de vacío y válvula de control de la chimenea. Cuando se haya completado la combustión de todas las muestras, es necesario quitar las presillas de cierre y reajustar la válvula de control de vacío para extraer el aire a la velocidad requerida a través de los absorbedores para remover el  $\text{CO}_2$  disuelto.

**9.4** Enjuague las chimeneas y la trampa de niebla tres veces, usando alrededor de 10 mL de agua en cada vez. Cuando las muestras contengan compuestos antidetonantes de plomo, use agua caliente al enjuagar las chimeneas. Adicione los enjuagues a los absorbedores y valore como se indica en la sección 11

**9.5** Blanco- Deje la chimenea del absorbedor del blanco tapada (Ver 7.3) y permita el paso de la corriente  $\text{CO}_2\text{-O}_2$ , a través de este absorbedor hasta que todas las muestras que empezaron a la vez hayan terminado el quemado. Cierre el suministro de  $\text{CO}_2$  y de  $\text{O}_2$  y airee el absorbedor del blanco de igual manera que el absorbedor de las muestras (Ver 9.3). Valore el líquido del absorbedor directamente como en la Sección 11. Normalmente, el blanco de la atmósfera de

combustión será pequeño, sin embargo, si la valoración requiere más de 0,1 mL de la solución de NaOH 0,05N, descarte la determinación y reemplace el cilindro de CO<sub>2</sub>.

**Tabla 2 — Tamaño de muestras para el análisis de muestras líquidas mezcladas**

Contenido de azufre, por ciento en masa	Tamaño de la muestra	
	g	mL
0.4 y bajo	3 a 4	5

## 10 Procedimiento para mezclas y combustión de muestras líquidas

**10.1** Añada 6 mL de diluyente libre de azufre a cada frasco. Tape los frascos con corchos enumerados y pese con una aproximación de 0,005g. Por medio de una pipeta, introduzca dentro del frasco de cada quemador una cantidad aproximada de muestra como se indica en la Tabla 2, y agite para mezclar completamente y pese de nuevo.

**Nota 9** Alternativamente, realice una mezcla cuantitativa de 40 % de de la muestra en un diluyente libre de azufre y proceda como se describe en la Sección 9.

**10.2** Inserte el quemador y queme como se describe en 9.2. Remueva cada lámpara de su chimenea cuando la llama esté próxima a la extinción y apague la llama. Añada 2 mL de diluyente, permitiendo que el mismo enjuague las paredes frasco. Queme el diluyente adicional y repita la adición de diluyente y quémelo una vez más hasta que se haya quemado un total de 10 mL de diluyente.

**Nota 10** En este caso, es preferible que se corra un blanco de 10 mL de diluyente, la valoración de la solución del absorbente para este blanco no debe exceder 0,1 mL de la solución de 0,05M de NaOH.

**10.3** Después que todas las lámparas hayan terminado de quemar, cierre el suministro de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>, cierre la conexión del regulador de vacío, pase aire a través de los absorbentes por 5 minutos y finalmente cierre la válvula de control de vacío. Enjuague las chimeneas y los bulbos trampas tres veces, usando alrededor de 10mL de agua cada vez. Agregue los enjuagues a los absorbedores y valore directamente como se indica en la Sección 11.

## 11 Valoración de la Solución absorbente

**11.1** Agregue de 3 a 4 gotas de solución de indicador metil púrpura al líquido de cada absorbedor. Valore la solución absorbente por introducción de solución de NaOH 0.05 N desde



una bureta dentro del bulbo pequeño del absorbedor. Use una microbureta de 10 mL si se espera que el azufre presente en el absorbente sea menor de 10 mg. Agite durante la valoración por aplicación de succión intermitente al tope del bulbo mayor.

**Nota 11:** Cuando ocurre la combustión incompleta de la muestra, el aire que pasa a través del absorbedor durante la valoración puede tener sabor u olor característico y el punto final puede ser amplio. En este caso descarte la determinación.

## 12 Cálculos

**12.1** Calcule el contenido de azufre de muestras líquidas como sigue:

$$\text{Contenido de azufre, por ciento en masa} = 16.03 M \times (A / 10 W)$$

Donde:

A = mililitro de NaOH, solución requerida para la valoración del ácido en la solución absorbente después de quemada la muestra,

M = molaridad de la solución de NaOH (Ver Nota 3),

W = gramos de muestras quemadas.

**12.2** Cuando se requiera por las especificaciones corregir el contenido de azufre (nota 12) para fluidos antidetonantes de plomo, calcule los valores corregidos como sigue:

$$\text{Contenido de azufre corregido, por ciento en masa} = S - LF$$

Donde:

F = 0,0015 si la muestra contiene compuestos antidetonante de plomo o para aviación ó 0,0035 g si la muestra contiene tetraetilo de plomo, tetrametilo de plomo o mezcla de compuestos antidetonantes de alquilatos de plomo .

L = contenido de plomo, g/ galón U.S

S = contenido de azufre, % en masa.

Nota 12 Estas correcciones están basadas en experimentos de quemados de combustibles mezclas con fluidos antidetonantes que contienen tetraetilo de plomo y halogenuro de etileno en combinaciones usualmente usadas El tetraetilo de plomo y las mezclas de compuestos antidetonantes de alquilato de plomo contienen la misma combinación de holgenuros de etileno como el tetraetilo de plomo.

Nota 13 Para convertir gramos de plomo por galón imperial a gramos por galón U.S. (estadounidense), multiplique por 0,8326. Para convertir gramos de plomo por litro a gramos por galón U.S. multiplique por 3,7853.

### **13 Reporte**

**13.1** Reporte los resultados de ensayo con una aproximación de 0,01% de azufre para un nivel de 0,05 % y mayor y especifique el procedimiento de ensayo usado.

### **14 Control de la calidad**

**14.1** Confirme el desempeño del aparato o del procedimiento, o ambos, cada día en uso analizando una muestra QC (6.10) que sea representativa de muestras típicamente analizadas. Aumente la frecuencia de análisis de las muestras QC si un número mayor de muestras son analizadas. El análisis de los resultados de las muestras control (QC) puede ser llevado usando cartas control, u otras técnicas estadísticamente equivalente, para averiguar el estado de control del proceso de ensayo total. Cualquiera dato fuera de control debe investigarse las causas. La precisión de la muestra control será chequeada contra la precisión del método ASTM para asegurar la calidad de los datos.

### **15 Presión y sesgo**

**15.1** La precisión de este método de ensayo no se conoce que haya sido obtenida de acuerdo con las guías aceptadas actualmente (por ejemplo, en Comité DO2 Reporte de Investigación RR: DO2-1007, "Manual en Determinación de los Datos de Precisión para Métodos ASTM en Productos del Petróleo y Lubricantes").

**15.1.1 Repetibilidad:** La diferencia entre dos resultados de ensayos, obtenidos por el mismo operador con el mismo aparato, bajo condiciones constantes de operación en un material idéntico, podría, en una correcta y normal operación del método de ensayo, exceder el valor siguiente solamente en un caso en veinte.

Repetibilidad

0,005

**15.1.2** La diferencia entre dos resultados de ensayos simples e independientes obtenidos por diferentes operadores en diferentes laboratorios sobre idéntico material de ensayo, podría, en

una normal y correcta operación del método de ensayo, exceder el siguiente valor solamente un caso en veinte.

Reproducibilidad.  $0,010 + 0,025 S$

Donde:

S= el contenido total de azufre, por ciento en masa de la muestra.

15.2 Sesgo-No es practicable especificar el sesgo del Método de Ensayo D 1266 para medir azufre debido a que el comité responsable, después de una búsqueda activa , no fue capaz de atraer voluntarios para un estudio interlaboratorio.

## 16 Palabras Claves

16.1 Lámpara, azufre.

**Anexo A1**  
(Normativo)

**Método de ensayo para ensayar cuantitativamente trazas de azufre**

**A 1.1 Alcance**

**A 1.1.1** Este anexo describe un procedimiento para extender el método de ensayo de la lámpara para el análisis de muestras que tengan el contenido de azufre tan bajo como 5ppm. (Nota A1.1): El procedimiento no es aplicable para la determinación de menos de 300 mg/kg de azufre en líquidos conteniendo compuestos de plomo antidetonante.

**A 1.1.1.1** Solamente ejerciendo el cuidado más meticuloso y la atención de los detalles pueden ser obtenidos resultados confiables por este método. Antes de poner en uso nueva cristalería y después como se requiera, lave dicha cristalería con ácido nítrico concentrado. Enjuague tres veces con agua corriente, seguido de tres lavados con agua destilada o desionizada. Reserve la cristalería para usar solamente en este método.

**A1.2 Sumario del Método de ensayo**

**A 1.2.1** Una muestra de tamaño recomendado es quemada como se describe en la Sección 9. El ión sulfato en la solución absorbente es determinado por precipitación como sulfato de bario y medido por la turbidez de una suspensión del precipitado. La suspensión es estabilizada por la adición de alcohol y glicerina, y la turbidez es medida mediante el uso de un espectrofotómetro o fotómetro de filtro.

**A1.3 Aparatos adicionales**

**A1.3.1** Fotómetro-Preferentemente un espectrofotómetro que tenga un ancho de banda efectiva de alrededor 50nm y equipado con un foto tubo sensible a azul para usar a 450 nm o alternativamente un fotómetro de filtro equipado con un filtro de color teniendo un máximo de transmisión aproximada de 450 nm.

**A1.3.2** Celdas de absorción que tenga un largo de paso óptico de 5 cm son las preferidas. Con el uso, las celdas pueden formar una capa con una película. Para remover esta película lave la celda con detergente usando un cepillo suave. Enjuague vigorosamente con agua desionizada continuando la limpieza

Nota A1.1 El procedimiento descrito asume un cambio de absorbancia de alrededor de 0,100 por cada 0,1mg de azufre en 50 mL de solución medida con una celda de 5 cm. Los fotómetros que emplean celdas de paso óptico corto tendrán proporcionalmente una precisión pobre.

**A1.3.3** Cuchara, capaz de suministrar  $0,30 \pm 0,1$  g de cloruro de bario hidratado como se especifica en A1.4.2.

**A1.3.4** Agitador Magnético, equipado con una barra agitadora de alrededor de 32 mm ( $1\frac{1}{4}$ ) pulgada de largo cubierta con tetrafluoretileno.

**A1.3.5** Montaje de la lámpara, como se describe en el Anexo A3. Reserve la unidad completa consistente de frasco, quemador, chimenea, absorbedor y trampa de niebla para usar solo en este procedimiento.

#### **A1.4 Reactivos adicionales**

**A1.4.1** Mezcla Alcohol-Glicerina. Mezcle 2 volúmenes de alcohol etílico desnaturalizado conforme a la Formula No. 3A del Buró Americano de Productos Internos ó alcohol etílico (95% por volumen) con un volumen de glicerina.

**A1.4.2** Cloruro de Bario dihidratado ( $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )- Cristales que pasen un tamiz de 20 mesh ASTM E11 o un tamiz de 18 mesh BS y se retenga en un tamiz de 30 mesh ASTM E 11 o uno de 30 mesh BS (Ver Especificación E 11).

**Nota A1.2-** El tamaño de los cristales de  $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  es una variable importante que afecta el desarrollo de la turbidez.

**A1.4.3** Ácido Clorhídrico (1+12)- Añada 77 mL de Ácido Clorhídrico concentrado (HCl, 1,19 gravedad específica) con un frasco volumétrico de 1-L y diluya hasta la marca con agua desionizada.

**A1.4.4** Ácido Clorhídrico (1+215)- Añada 60 mL de 1+12 HCl a un frasco volumétrico de un litro y diluya hasta la marca con agua desionizada.

**A 1.4.5** Ácido Sulfúrico (1mL = 0,100 mg S) diluya 6,24 ± 0,01 mL de ácido sulfúrico 1 N (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) a exactamente 1 L con agua desionizada. Chequee la dilución por valoración con contra la solución patrón de NaOH de a aproximadamente de la misma normalidad y ajuste la concentración, si es necesario, hasta que cada mililitro de esta solución sea equivalente a 0,100 mg de S.

**A1.4.6** Agua Demionizada y Destilada- Filtre agua a través de una resina de intercambio aniónico o catiónico.

Nota A1.3 Debe proporcionarse un medio para determinar cuando se cambia la resina reintercambio iónico. Para este propósito se ha encontrado satisfactorio el uso de un conductímetro simple.

Nota A1.4 Para la pureza de los reactivos, ver 6.1.

## **A1.5 Calibración**

**A1.5.1** Introduzca dentro de un frasco volumétrico de 50 mL, por medio de una bureta 0.25, 0,50, 0.75, 1,00, 1,50, 2,00, 3,00, y 5,00 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1 mL = 0,100 mg S). Añada 3,0 mL de HCl (1+12) a cada frasco, diluya a volumen con agua y mezcle vigorosamente. Prepare un blanco estándar en forma similar omitiendo el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**A1.5.2** Vierta el contenido de cada frasco dentro de un beaker de 100 mL, añada por medio de una pipeta 10 ± 0,1 mL de una mezcla de alcohol-glicerina, y mezcle por tres minutos con el agitador magnético. Seleccione una velocidad de agitación adecuada por debajo la cual no se cause pérdida por salpicaduras. Mantenga esta velocidad hasta el final del procedimiento.

**A1.5.3** Permite que la solución repose por 4 min. Transfírela a una celda de absorción y mida la absorbancia usando agua como referencia.

**A1.5.4** Retorne la solución al beaker y añada 0,30 ± 0,01g de cristales de BaCl<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O, Pesando esta cantidad o por el uso de una cuchara. Agite con el agitador magnético por

exactamente 3min. Deje reposar 4 min adicionales, transfiera la celda y mida de nuevo la absorbancia en comparación con el agua.

**A1.5.5** Los pasos siguientes descritos en A1.5.2 –A1.5.4, obtienen la lectura del blanco por sustracción de la observancia inicial del patrón del blanco a partir de la obtenida después de adicionar  $\text{BaCl}_2$ . Esta lectura no excederá 0.005.

**A1.5.6** Obtenga la absorbancia neta de cada patrón por sustracción de la absorbancia inicial y la lectura del blanco reactivo de la absorbancia obtenida de acuerdo A.1.5.4. Plotee la absorbancia neta de cada patrón contra miligramos de azufre contenido en 50 mL de solución, y trace una curva uniforme uniendo los puntos.

**A1.5.7** Chequee la curva de calibración diariamente haciendo una simple determinación para detectar posibles variaciones.

#### **A1.6 Procedimiento para combustión de muestras**

**A1.6.1** Prepare el aparato de combustión y queme entre 5 y 30g de muestras dependiendo del nivel de azufre esperado (Nota A1.6). Siga el procedimiento general descrito en las sección 7-9 del método ensayo principal. Los requerimientos para la neutralización inicial de la solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (ver 7.2) y para remover el  $\text{CO}_2$  disuelto en esta solución (ver 9.3 y 10.3) pueden ser omitido. Extraiga la atmósfera de combustión a través de un absorbedor del conjunto para que sirva como blanco de la pureza de esta atmósfera. Reserve toda la cristalería para usar exclusivamente con este procedimiento de trazas para evitar una posible contaminación por otras fuentes. Transfiera la solución del absorbedor, conteniendo los enjuagues de la trampa de vacío y de la chimenea (vea 9.4), a un beaker de 250 mL, enjuague el absorbedor 2 o 3 veces con porciones de 10 mL de agua, y añada los enjuagues a la solución en el beaker.

**A1.6.1.1** Debe ser seleccionado un tamaño de muestra que pueda rendir entre 0,15 y 2,5 mg de azufre en el absorbedor. Esto permite entonces la aplicación directa de los procedimientos descritos en A1.6.3 a A1.7 y evita la necesidad de usar menos de un quinto de la solución del absorbedor para el análisis. Cuando el nivel de azufre de la muestras es alrededor de 15 mg/kg o menos, al menos 30 g de muestras deben ser quemados. Para acomodar un tamaño de muestra grande debe fabricarse un frasco quemador apropiado que reemplace el frasco

estándar de 25 mL. De acuerdo a un tamaño de frasco mayor, es preferible usar una mecha de 18 cm antes que la de 15 cm especificada en 7.5. Para evitar una excesiva reducción del líquido del absorbedor causada por el largo tiempo de combustión para las muestras más grandes, es preferible cargar el absorbedor con 50 mL de solución de peróxido de hidrógeno en vez de los 30mL especificados en 7.2.

**A1.6.2** Reduzca el volumen de la solución del absorbedor hasta alrededor de 20 mL por evaporación en una plancha de calentamiento. Cuantitativamente transfiera la solución resultante a un frasco volumétrico de 50 mL, enjuague el beaker con varias porciones pequeñas de agua. Agregue 3 mL de HCl (1+12) al frasco, complete el volumen con agua y mezcle vigorosamente.

**A1.6.3** Si el contenido de azufre de la solución absorbente se conoce que es menor de 0,5 mg, use el contenido completo del frasco volumétrico para el análisis. Si el contenido aproximado de azufre no es conocido o si se espera que exceda 0,5 mg, transfiera una alícuota de 10mL a un segundo frasco volumétrico de 50 mL y diluya la solución en dos frascos hasta volumen con HCl (1+215). Use la solución más diluida primero, si el azufre determinado es menor el de 0,05 mg, entonces use la solución mas concentrada. Prepare una dilución del blanco de la atmósfera de combustión similar a la solución usada para el análisis. Analice la solución como se describe en A1.7.

### **A1.7 Procedimiento para el análisis de las soluciones**

**A1.7.1** Vierta el contenido completo del frasco volumétrico de 50mL conteniendo la solución para ser analizada en un beaker de 100mL y procese directamente como en A1.5.2- A1.5.4. Valore el blanco de la atmósfera de combustión en las mismas condiciones y obtenga una lectura del blanco reactivo-atmósfera de combustión por sustracción de la absorbancia inicial que fue obtenida después de la adición de  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Nota A1.5 Cuando la lectura del blanco exceda 0,020, la precisión obtenida debe ser desechada. En este caso, haga un análisis de los reactivos solo para determinar si la atmósfera o los reactivos son los defectuosos. Coloque 30mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1.5%) en un frasco volumétrico de 50mL, diluya hasta el enrase con HCl (1+215) y proceda como se describe en A.1.5.5. Si esta lectura del blanco de reactivos excede de 0,010, los resultados no deben ser considerados seguros.



**A1.7.2** Obtenga la absorbancia neta del análisis de la solución por sustracción de la absorbancia inicial y la lectura del blanco reactivo-atmósfera de combustión obtenida después de la adición de  $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

**A1.7.3** Convierta la absorbancia neta a miligramos de azufre usando la curva de calibración.

### A1.8 Cálculos

**A1.8.1** Calcule la cantidad de azufre en la muestra como sigue:

$$\text{Contenido de azufre, mg/kg} = (A/WF) \times 1000 \quad (\text{A1.1})$$

Donde:

$A$  = lectura de miligramos de azufre en la curva de calibración

$W$  = gramos de muestras quemada, y

$F$  = fracción de alícuota de la solución de la muestra usada para el análisis.

### A1.9 Precisión y sesgo

**A1.9.1** El criterio siguiente debe usarse para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de confiabilidad).

**A1.9.1.1 Repetibilidad** - Los resultados duplicados por el mismo operador deben considerarse sospechosos si estos difieren por más de las siguientes cantidades.

Contenido de Azufre, mg/kg	Repetibilidad
5 a 80	0,116 x mg/kg S
Por encima de 80 hasta 280	(0,01 x mg/kg S) + 8.5

**A1.9.1.2 Reproducibilidad** - Los resultados emitidos por uno de dos laboratorios deben considerarse sospechosos si los dos resultados difieren por más de las siguientes cantidades:

Contenido de Azufre, mg/kg	Reproducibilidad
5 a 125	0,145 x mg/kg S

Por encima de 125 hasta 280

(0,508 x mg/kg S) – 45,4

Nota A1.6 – Para la determinación cuantitativa de trazas de azufre por el método de combustión rápida vea el Método de Ensayo ASTM D 2785.

**A1.9.2** Sesgo - No es practicable especificar el sesgo del Método de Ensayo D 1266, Anexo A1 para medir cuantitativamente trazas de azufre debido a que el comité responsable, después de una búsqueda activa, no fue capaz de atraer voluntarios para un estudio interlaboratorio.

**Anexo A2**  
(normativo)

**Combustión de la muestra en aire, final gravimétrico**

**A2.1 Alcance**

**A2.1.1** Este procedimiento es recomendado solo para el análisis de muestras líquidas de petróleo que puedan ser quemadas con una lámpara de mecha.

**A2.2 Aparatos**

**A2.2.1** El sistema múltiple descrito en 5.3 puede ser usado solamente con una pequeña modificación. Sustituya el aire filtrado por un suministro de  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  y adicione un segundo purificador de placa porosa en la línea de entrada de aire como se muestra en la Figura A2.1.

**A2.3 Reactivos adicionales**

**A2.3.1** Solución de Cloruro de Bario (100g/L)- Disuelva 100g de cloruro de bario dihidratado ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y diluya a 1L.

**A2.3.2** Ácido Clorhídrico (densidad relativa 1.19)- ácido clorhídrico concentrado (HCl).

**A2.3.3** Solución de Peróxido de Hidrógeno (30%)- Peróxido de hidrógeno concentrado ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ).

**A2.3.4** Solución de Hidróxido de Sodio (100g/L)- Disuelva 100 g de hidróxido de sodio grado técnico (NaOH) en perla en agua y diluya a 1 L.

**A2.3.5** ácido Sulfúrico (1+16)-Mezcle 60mL de ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1.84) densidad relativa con 960 mL de agua.

**A 2.4 Preparación del Aparato**

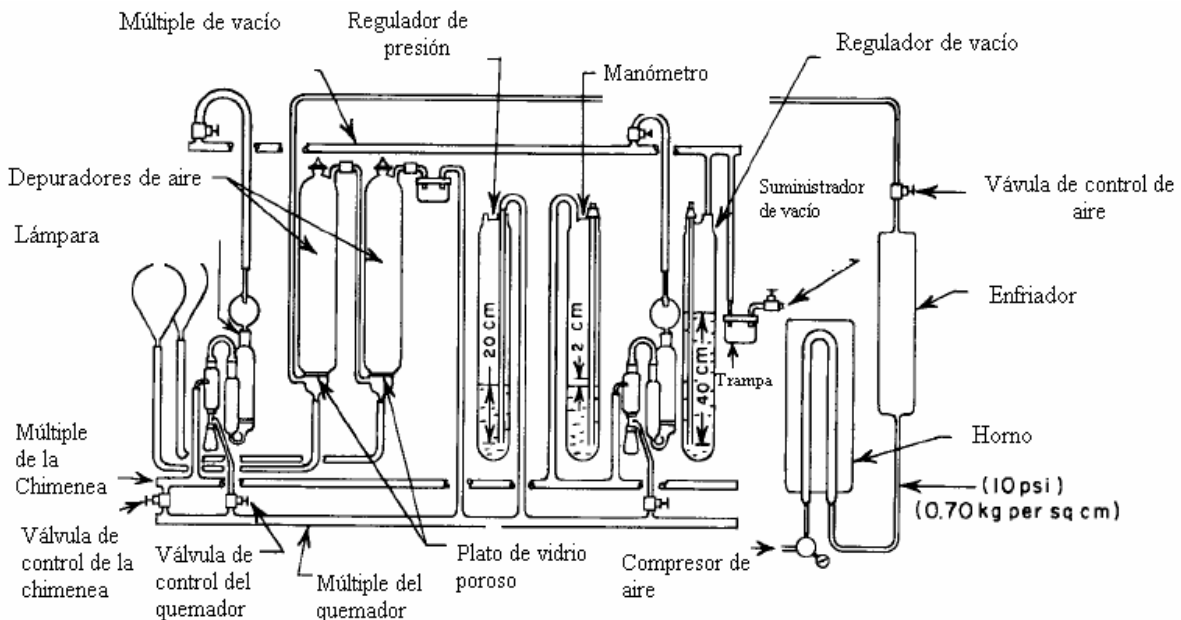
**A2.4.1** Coloque de 300 a 400 mL de solución de NaOH en el primer purificador (Figura A2.1) y la misma cantidad de solución de  $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{H}_2\text{SO}_4$  (300mL de  $\text{H}_2\text{O}$ , 30mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+16) y 30 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%)) en el segundo purificador. Para equipos de uso diario, reemplace estas

soluciones dos veces cada semana o cuando el volumen sea menor que dos tercio del volumen original

**A2.5.1** Haga otras preparaciones como se describe en la Sección 7, excepto para la solución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (1.5%) que no necesita ser neutralizada.

**A2.5 Procedimiento para la Combustión**

**A2.5.1** Queme la muestra como se describe en la Sección 9, controlando la combustión como se describe en la Sección 8. Use el tamaño de la muestra como se prescribe en la Tabla A2.1. Analice la solución del absorbente para las muestras y el blanco como se describe en A2.6.1.



**Figura A 2.1 — Diagrama Esquemático del múltiple suministrador de aire purificado y el sistema de lámparas**

### A 2.6 Procedimiento para el Análisis de la Solución del absorbedor.

**A2.6.1** Transfiera el líquido del absorbedor a un beaker de 400mL. Enjuague el absorbedor y la chimenea vigorosamente con agua y agregue los enjuagues al beaker. Filtre la solución y remueva algún material ajeno, recoja el filtrado en un beaker de 400mL con una marca para indicar 75mL. Agregue 2mL de HCl, caliente a ebullición y agregue 10mL de solución de BaCl<sub>2</sub>, en forma de corriente fina o de goteo. Agite la solución durante la adición y después por dos minutos más.

**A2.6.2** Cubra el beaker con un vidrio de reloj estriado y continúe ebulviendo lentamente hasta que la solución se haya evaporado hasta un volumen de aproximadamente 75 mL, como se ha indicado, hasta la marca del beaker. Quite el beaker de la plancha de calentamiento (u otro medio de calentamiento) y permita que se enfríe por 1 hora antes de filtrar.

**A2.6.3** Filtre el líquido sobrenadante a través de un papel de filtro sin cenizas de poro fino. Lave el precipitado con agua, primero por decantación y entonces sobre el papel de filtro, hasta que esté libre de ión cloruro. Transfiera el papel y el precipitado a un crisol apropiado que esté pesado y seque con calentamiento bajo hasta que la humedad se evapore. Carbonice el papel completamente sin que este se encienda y finalmente lleve la ignición hasta un rojo brillante, hasta que el precipitado quemado sea blanco (Nota A2.1). Después que la ignición esté completa, permita que el crisol se enfríe a la temperatura ambiente y pese

**Tabla A 2.1 — Tamaño de muestra para Quemado con Aire de muestras líquidas**

Contenido de azufre, por ciento en peso	Tamaño de la muestra	
	g	mL
0,5 y bajo	5 a 10	10
Sobre 0,5	3 a 5	5

**Nota A2.1** – Un medio satisfactorio de acometer esta operación es colocar un crisol sin tapa conteniendo el papel de filtro húmedo en un horno mufla eléctrico frío y conectarla a la corriente. El secado, la carbonización y la ignición usualmente ocurren a la razón deseada.

**A2.7 Cálculos**

**A2.7.1** Calcule el contenido de azufre de la muestra como sigue:

$$\text{Contenido de Azufre, \% en masa} = [(w-b) \times 13.73]/W$$

Donde:

$w$  = gramos de sulfato de bario ( $\text{BaSO}_4$ ) precipitado en la solución del absorbente de la muestra quemada.

$b$  = gramos de  $\text{BaSO}_4$  precipitado, de la solución correspondiente al blanco del absorbente (Nota A2.2).

$W$  = gramos de muestra quemada.

**Nota A2.2** La determinación puede ser descartada si la corrección del blanco usada en el cálculo excede de 1,5mg de  $\text{BaSO}_4$ . Frecuentemente, reactivos impuros es la causa de esta dificultad.

**Anexo A3**  
(Normativo)

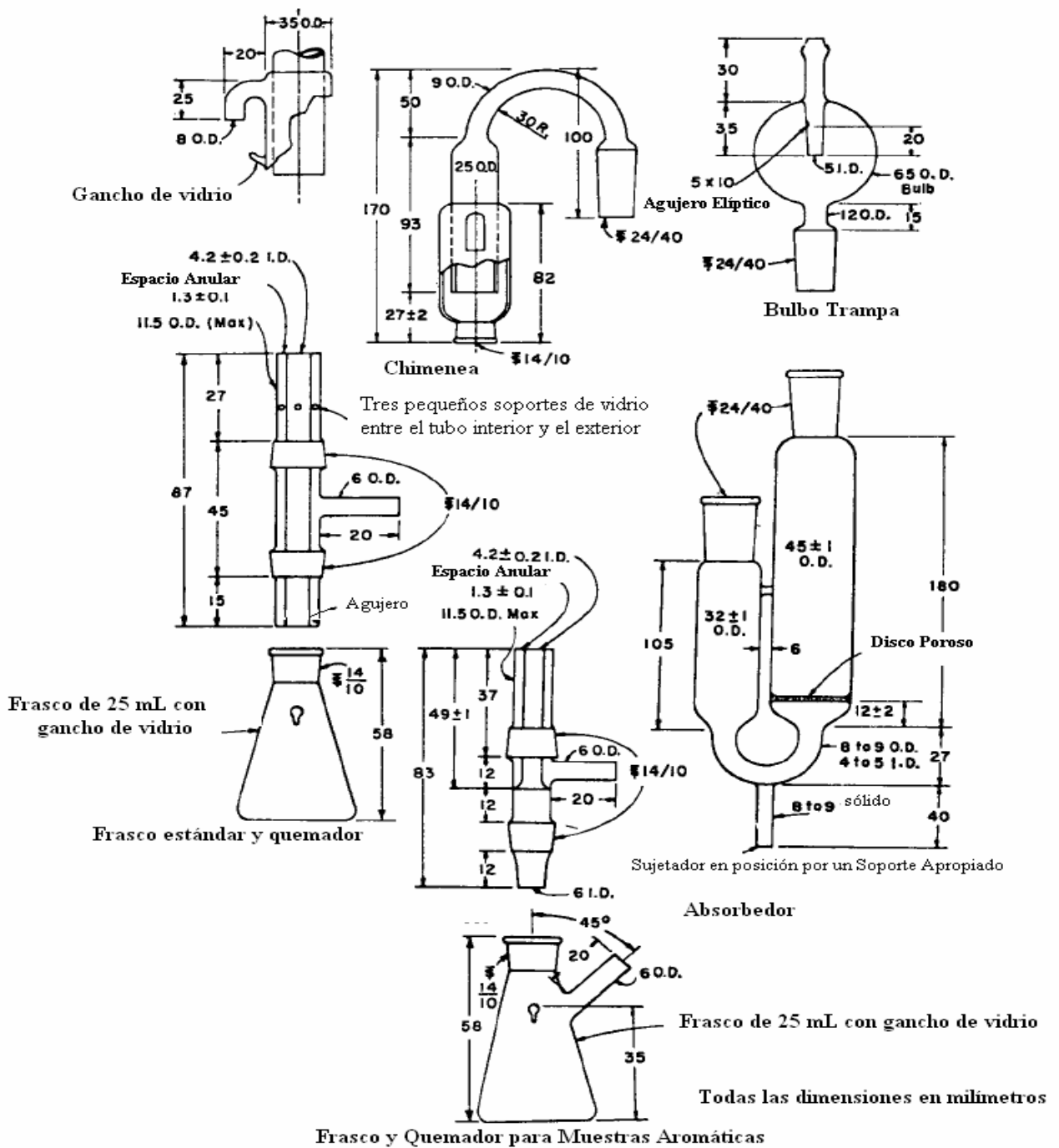
**Detalles del aparato**

**A3.1 Frasco y quemador para muestras no aromáticas**

**A3.1.1** Una lámpara de vidrio químicamente resistente, constituido por un frasco elenmeyer de 25 mL y un quemador conforme a las dimensiones mostradas en la Figura A2.1, puede ser usado. El quemador consiste de dos tubos de vidrio concéntricos, el tubo externo tendrá un tubo lateral y una junta-tapa estándar de vidrio para su conexión con el frasco y la chimenea. El final superior de los tubos del quemador debe ser pulido y deben tener una superficie plana que están en el mismo plano horizontal. El quemador debe tener una abertura de 1mm cercana a la base para permitir la igualdad de presión entre la chimenea y el frasco. Cuando la lámpara se conecte con la chimenea, serán sujetas en posición por bandas de goma o muelles elásticos de metal entre los ganchos de vidrio del frasco y la chimenea.

**A3.2 Frasco quemador para muestras aromáticas**

**A3.2.1** Una lámpara de vidrio químicamente resistente, consistente de un frasco elenmeyer de 25 mL con tubo lateral y un quemador conforme a las dimensiones mostradas en la Fig. A2.1, serán usados. El quemador consiste de dos tubos concéntricos de vidrio, el tubo externo tendrá un tubo lateral y una junta-tapa estándar de vidrio para colectar el quemador con el frasco y la chimenea. El final superior de ambos tubos del quemador debe ser pulido y deben tener una superficie plana que estén en el mismo plano horizontal. Cuando la lámpara se conecte en la chimenea, serán sujetas en posición por bandas de goma o muelles elásticos de metal entre los ganchos de vidrio del frasco y la chimenea.



**Nota 1** Estándares cónicas 14/10, 24/20 o equivalentes.

**Nota 2** El disco mostrado en el dibujo del absorbador debe ser de una porosidad tal, cuando 50 mL de agua es colocado en el absorbador y aire es pasado a través a un flujo de 3,0 L/min en la dirección, la presión diferencial entre los dos sitios del absorbador está entre 15 y 23 cm de agua y el aire es dispersado uniformemente.

**Figura. A3.1 — Dibujo detallado del Aparato de Combustión y Absorción**



**A3.3 Chimenea**

**A3.3.1** Una chimenea de vidrio químicamente resistente conforme con las dimensiones mostradas en la Figura A2.1 y provista con una junta de vidrio estándar cónica para conectar con el quemador y el absorbedor, será usada.

**A3.4 Absorbedor**

**A3.4.1** Un absorbedor de vidrio químicamente resistente, conforme a las dimensiones mostradas en la Figura A3.1 y provisto con una junta de vidrio cónica estándar para la conexión con la chimenea y la trampa de niebla será usado. Un disco poroso con un diámetro promedio de poro de 150 a 200  $\mu\text{m}$  será sellado en el mayor de los dos bulbos del absorbedor. El disco poroso debe ser de tal porosidad que, cuando se coloquen 50 mL de agua en el absorbedor y el aire pase a una razón de 3 L/min hacia adelante, el diferencial de presión entre los dos lados del absorbedor está entre 15 y 23cm de agua y el aire se dispersa uniformemente.

**A3.5 Trampa de niebla**

**A 3.5.1** Será usada una trampa de niebla de vidrio químicamente resistente conforme a las dimensiones mostradas en la Figura A2.1 y provisto con una junta- vidrio cónica estándar para conectar con el absorbedor.

**A3.6 Sistema Múltiple**

**A3.6.1** Un vacío satisfactorio y múltiple de atmósfera de combustión y un sistema de suministro para proporcionar la mezcla requerida  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  al conjunto de lámpara se muestra en la figura 2. Los gases son suministrados en cilindros comerciales, la presión para cada gas será ajustada a  $10 \pm 2$  psig ( $0,70 \pm 0,14$  kg/  $\text{cm}^2$ ) por medio de dos válvulas reguladoras de una sola fase para asegurar una presión constante en la válvula de aguja reguladora de flujo. Los gases pasan a través de un sistema de medición constituido por dos rotómetros calibrados medidores de flujo que indican la proporción de los dos gases en el tanque. Cualquier número de lámparas montadas puede ser operado como una unidad, el rendimiento de los flujómetros será escogido en consecuencia. La tubería que conecta el múltiple de chimenea a la chimenea debe tener un diámetro interno no menor de 6,4mm ( $\frac{1}{4}$  pulgada) con el objetivo de prevenir la restricción innecesaria del flujo de gas. El purificar debe tener una capacidad de alrededor de 1L.