
NORMA CUBANA

NC

ASTM D 473: 2010
(Publicada por la ASTM en 2007)

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO
ESTÁNDAR PARA SEDIMENTO EN PETRÓLEO CRUDO Y
PETRÓLEO COMBUSTIBLE POR MÉTODO DE EXTRACCIÓN
(ASTM D 473:2007, IDT)**

**Oil Industry — Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the
Extraction Method**

ICS: 75.020

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; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu**



Cuban National Bureau of Standards

NC-ASTM D 473:2010

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 de Cuba
 - Ministerio de la Industria Básica
 - Ministerio del Transporte
 - Ministerio del Interior
 - Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
 - Ministerio de la Construcción
- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la norma ASTM D 473-07 Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method
- Consta del anexo A1 (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.

INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA SEDIMENTO EN PETRÓLEO CRUDO Y PETRÓLEO COMBUSTIBLE POR MÉTODO DE EXTRACCIÓN

1 Objeto

Este método de ensayo describe la determinación de sedimento en petróleo crudo y petróleo combustible por el método de extracción con tolueno. La precisión es aplicable a un rango de niveles de sedimento de (0,01 a 0,40) % en masa, aunque pueden ser determinados niveles más altos.

Los valores establecidos en unidades del Sistema Internacional (SI) son considerados como norma. Los valores dados entre paréntesis son solo información.

Esta norma no pretende abarcar todas las medidas de seguridad asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma, establecer las prácticas de seguridad y salud y determinar la aplicación de las regulaciones pertinentes antes del uso. Para las declaraciones de advertencia específicas, ver 5.1.1.6 y 6.1.

2 Referencias Normativas

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 Cubanas

NC ASTM D 4057 Práctica estandarizada para el muestreo manual del petróleo y productos del petróleo

2.2 Métodos ASTM:

D 4177 Práctica para el muestreo automático de Petróleo y Productos del Petróleo

D 5854 Prácticas para el mezclado y manipulación de muestras líquidas de Petróleo y Productos de Petróleo.

E 29 Práctica para el uso de cifras significativas en datos de ensayo para determinar la Conformidad con la Especificación.

2.3 Métodos API:

Capítulo 8.1 Muestreo manual de Petróleo y Productos del petróleo (ASTM D 4057 Petróleo crudo y sus derivados. Procedimientos de muestreo manual).

Capítulo 8.2 Muestreo automático de Petróleo y Productos del petróleo (ASTM Practice D 4177)

Capítulo 8.3 mezclado y manipulación de muestras líquidas de Petróleo y Productos de Petróleo. (ASTM D 5854)

2.4 Métodos ISO:

ISO 5272 Tolueno para uso Industrial. Especificaciones

3 Sumario del método de ensayo

3.1 Extraiga una porción de ensayo de una muestra representativa de petróleo, contenida en un dedal refractario, con tolueno caliente hasta que el residuo alcance masa constante. La masa del residuo, calculada como un por ciento, se reporta como sedimento por extracción.

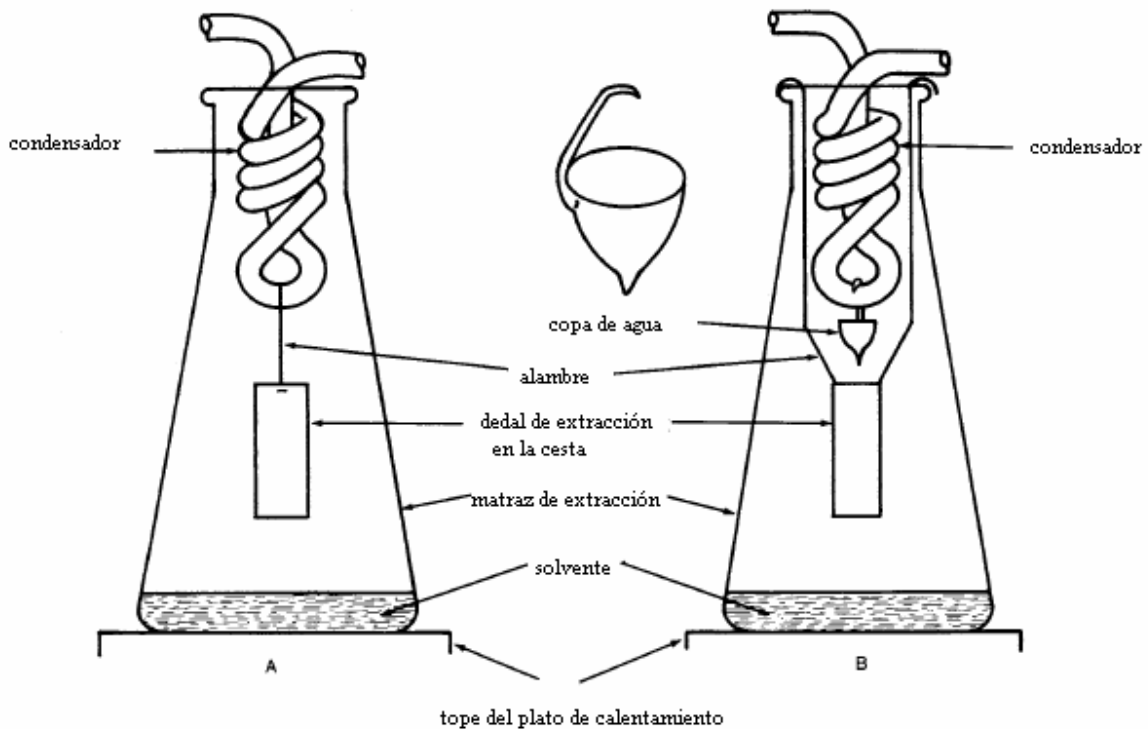
4 Importancia y uso

4.1 El conocimiento del contenido de sedimento del petróleo crudo y petróleo combustible es importante para las operaciones de refinación y de compra y venta de estos productos.

5 Aparatos

5.1 Se requiere para este método de ensayo aparato y cristalería común de laboratorio conjuntamente con la siguiente.

5.1.1.1 Matraz de Extracción-Use un matraz de cuello ancho (erlenmeyer) de 1L de capacidad, con un diámetro mínimo de cuello externo de 50 mm, para el procedimiento.



Nota- El aparato B muestra la copa de agua en posición

Figura 1 — Aparato de Extracción para la determinación de sedimento

5.1.1.2 Condensador- Un condensador de metal en forma de espiral de aproximadamente 25 mm de diámetro y 50 mm de longitud unido a, con las terminaciones sobresaliendo a través de, una tapa de diámetro suficiente que cubra el cuello del matraz como se muestra en la figura 1. El espiral será hecho de acero inoxidable, estaño, hojalata de cobre, o tubo de hojalata de latón que tengan un diámetro exterior de 5 a 8 mm y una pared de espesor de 1,5 mm. Si se construye de hojalata de cobre o latón, la capa de estaño tendrá un espesor mínimo de 0,075 mm. La superficie expuesta del espiral para los propósitos de enfriamiento es aproximadamente de 115 cm².

Nota 2- El uso de un flujómetro de agua /unidad controladora que monitoree el flujo de agua al condensador que cierre la fuente de calentamiento cuando la razón de flujo disminuya por debajo del límite preestablecido se ha encontrado apropiado para prevenir la vaporización del tolueno por ignición. Se recomienda el uso de este dispositivo.

5.1.1.3 Dedal de extracción- El dedal de extracción debe ser de un material refractario poroso, el tamaño del poro de (20 a 30) µm (certificado por el fabricante), con un diámetro de 25 mm por 70 mm de altura, pesando no menos de 15 g y no más de 17 g. Suspenda el dedal del espiral del condensador por medio de una cesta de manera que se suspenda aproximadamente a la mitad entre la superficie del solvente de extracción y la parte inferior del condensador.

5.1.1.4 Cesta del dedal- la cesta del dedal será resistente a la corrosión y será hecha de platino, acero inoxidable, aleación de níquel –cromo u otro material similar. La figura 2 muestra el diseño y las dimensiones de dos cestas típicas que han sido usadas con éxito en la industria.

5.1.1.5 Copa de agua- Use una copa de agua cuando se ensaye una muestra determinada que tenga un contenido de agua mayor que 10 % volumen (vea Figura 1. Aparato B). La copa será hecha de vidrio, de forma cónica, con un diámetro aproximado de 20 mm y una profundidad de 25 mm y con una capacidad de 3 mL. Un gancho de vidrio fundido al borde de un lado, de manera que cuando cuelgue del condensador la copa se suspenda de su borde a un nivel razonable. En este procedimiento, cuelgue la cesta del dedal como se muestra en la figura 1 Aparato A, por medio de un alambre resistente a la corrosión doblado a la parte inferior del condensador y unido a la cesta por soportes, o como en la Figura 1 aparato B, donde el alambre que sostiene la cesta está unido a los ganchos soldados a la parte inferior de la tapa del condensador.

5.1.1.6 Fuente de calentamiento- Use una fuente de calentamiento, preferiblemente un plato de calentamiento operado bajo campana, adecuado para vaporizar el tolueno (**Advertencia – Inflamable**)

5.2 Balanza Analítica- Use una balanza analítica, con una exactitud de 0,1 mg. Verifique la balanza, al menos anualmente, contra masas patrones trazable a un órgano de patrones nacional tal como el Instituto Nacional de Patrones y Tecnología (NIST).

5.3 Mezclador no aireante- Use un mezclador no aireante, cumpliendo la verificación de los requerimientos de eficiencia de mezclado especificados en la Práctica D 5854(API Capítulo 8.3). Tanto los mezcladores de inserción o los mezcladores de circulación o con circulación externa se aceptan siempre que cumplan el criterio de la Práctica D 5854(API Capítulo 8.3).

5.4 Horno- Use un horno capaz de mantener una temperatura de (115 a 120) ° C (240 a 250 ° F).

5.5 Recipiente de enfriamiento- Use una desecadora sin desecante como recipiente de enfriamiento.

5.6 Dispositivo de medición de temperatura- Tales como un termómetro, capaz de medir la temperatura de la muestra con una aproximación de 1° C (2 ° F).

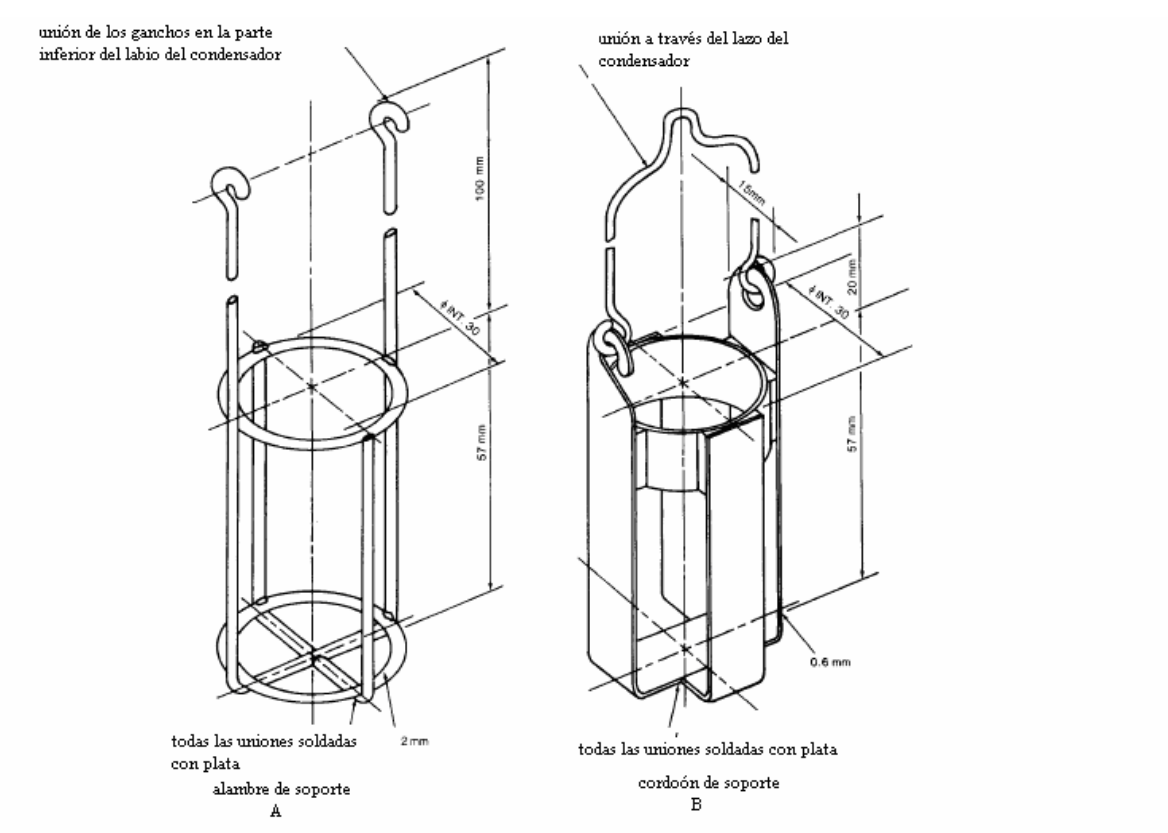


Figura 2 — Soporte de la cesta del dedal

6 Solvente

6.1 Tolueno- Calidad reactivo conforme a la Especificación del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química (ACS) o Grado 2 de la ISO 5272. (Advertencia- Inflamable. Mantenga alejado del calor, chispas y llamas abiertas. El tolueno es tóxico. Se tomará particular cuidado para evitar la respiración del vapor y proteger los ojos. Mantenga el recipiente cerrado. Use con ventilación adecuada. Evite el contacto prolongado y repetido con la piel).

6.1.1 Las características típicas para los reactivos ACS se muestran en la tabla 1

Tabla 1 — Características Típicas para el Tolueno Grado Reactivo

Pureza	99,5 % o más
Color(APHA)	10
Rango de ebullición(inicial a punto de sequedad) ^A	2 °C
Residuo después de evaporación	0,001 %
Sustancia oscurecida por H ₂ SO ₄	pasa el ensayo
Compuestos de azufre (como S)	0,003 %
Agua(H ₂ O)(por valoración Karl Fischer)	0,03 %

^A Punto de ebullición registrado 110,6 °C

7 Muestreo

7.1 El muestreo debe incluir todos los pasos requeridos para obtener una alícuota del contenido de cualquier tubería, tanque u otro sistema y poner la muestra dentro de un recipiente para muestras de laboratorio.

7.2 Use solo muestras representativas obtenidas como se especifica en la práctica D 4057 (API Parte 8.1) y D 4177 (API Parte 8.2) para este método de ensayo.

7.3 Extraiga una porción de ensayo de la muestra de laboratorio inmediatamente después de un minucioso mezclado. Caliente las muestras viscosas con una temperatura que la transforme en una muestra líquida, y homogenice utilizando un mezclador como está descrito en 5.3, si es necesario. Las dificultades para obtener una porción de ensayo representativa para esta determinación son usualmente grandes, de ahí la necesidad de prestar gran atención al mezclado y a los pasos de toma de alícuotas.

7.4 Como se especifica en la Práctica D 5854(API Capítulo 8.3) reporte la temperatura de la muestra antes del mezclado. Mezcle la muestra de laboratorio en su recipiente original, usando el tiempo de mezclado, potencia de mezclado(velocidad) y la posición relativa del fondo del contenedor apropiado para el petróleo crudo y petróleo combustible que será analizado y como es establecido para la verificación del mezclado eficiente. Para evitar las pérdidas de finales ligeros del petróleo crudo u otras muestras que contienen material volátil, opere el mezclador a través de una glándula en el cierre del contenedor de muestra. Tome la porción de ensayo para el análisis inmediatamente después del mezclado. Registre la temperatura de la muestra inmediatamente

después del mezclado. Si el ascenso de la temperatura es mayor que 10 °C (20 °F), enfríe la muestra y repita el mezclado con una entrada menor de energía. Un ascenso de temperatura mayor que 10 °C (20 °F) pueden resultar en una disminución de la viscosidad que es suficiente para que el sedimento se asiente.

8 Procedimiento

8.1 Para ensayos de arbitraje, use un dedal de extracción nuevo (5.1.1.3) preparado de acuerdo con 8.2. Para ensayos de rutina, el dedal puede ser reusado. Cuando reuse los dedales, la extracción a masa constante para una determinación debe ser considerada como la extracción preliminar para sucesivas determinaciones. Después de varias determinaciones (el sedimento acumulado puede ser suficiente para interferir en determinaciones posteriores), siga el procedimiento descrito en 8.3 para eliminar la porción de sedimento del combustible acumulado. Evite la reutilización excesiva de los dedales, con el tiempo los poros comienzan a obstruirse con materia orgánica, obteniéndose resultados falsamente altos. Cuando hay dudas de un resultado más alto que lo normal deseche el dedal y repita el ensayo utilizando uno nuevo.

8.2 Preparación de un dedal nuevo-Frote la superficie exterior con un papel de lija y elimine todo el material aflojado con una brocha. Realícele al dedal una extracción preliminar con tolueno, permita al solvente gotear desde el dedal al menos una hora. Entonces seque el dedal por una hora a una temperatura de 115 ° C a 120 ° C (240 ° F a 250 ° F), enfríe en una desecadora, por una hora y pese con una aproximación de 0,1 mg. Repita la extracción hasta que la masa del dedal después de dos extracciones sucesivas no difiera por más de 0,2 mg.

8.3 Preparación del dedal usado- Elimine la porción de combustible del sedimento acumulado por calentamiento del dedal hasta color rojo por 20 min (preferentemente en un mufla eléctrica mantenida aproximadamente 750 °C (1380 ° F). Someta el dedal a una extracción preliminar como se describe en 8.2 antes de usarlo para otra determinación.

8.4 Coloque una porción de ensayo estimada de 10 g de muestra en el dedal inmediatamente después que la muestra ha sido mezclada. No intente ajustar la porción estimada de 10 g a ninguna cantidad predeterminada exactamente. Pese el dedal más la porción de ensayo con una aproximación de 0,01 g. Adicione 150 mL a 200 mL de tolueno al matraz. Coloque el dedal en el aparato de extracción, póngalo en la fuente de calentamiento y extraiga con tolueno caliente por 30 min después que el solvente gotee del dedal incoloro. Asegúrese que la velocidad de extracción sea tal que la superficie de la mezcla del petróleo y el tolueno en el dedal no suba más de 20 mm por debajo del tope del dedal.

8.5 Cuando determinada muestra de ensayo tiene un contenido de agua mayor que 10 % volumen, use el montaje que muestra la Figura 1, Aparato B. En este procedimiento, elimine cualquier agua en la porción de ensayo como mezcla azeotrópica con tolueno y se recolecta en la copa de agua donde se separa como una capa inferior.

8.6 Después que la extracción se ha completado, seque el dedal por una hora de 115 ° C a 120 ° C (240 ° F a 250 ° F) en una estufa , enfríe en una desecadora, por una hora y pese con una aproximación de 0,1 mg.

8.7 Repita la extracción, permitiendo que el solvente gotee desde el dedal por al menos 1h pero no más de 1,5 h, seque, enfríe y pese el dedal como se describe en 8.6. Repita esta extracción para periodos adicionales de 1h, si es necesario hasta que la masa del dedal seco más el sedimento después de dos extracciones sucesivas no difiera por más de 0,2 mg.

9 Cálculo

9.1 Calcula el contenido de sedimento de la muestra como tanto por ciento en masa de la muestra original.

$$S = ((m_3 - m_1)/(m_2 - m_1)) \times 100$$

Donde:

S= Contenido de sedimento de la muestra en por ciento en masa.

m_1 = masa del dedal, g

m_2 = masa del dedal más porción de ensayo, g

m_3 = masa del dedal más sedimentos, g

10 Reporte

10.1 Por cada muestra con un contenido de sedimento calculado > 0.005 % m/m como se determina por la ecuación 1, reporte el contenido de sedimento de la muestra como sedimento por extracción, en por ciento en masa, redondeado con una aproximación 0,01 % m/m siguiendo la convención de redondeo de la práctica E 29. Para cada muestra con un contenido de sedimento calculado ≤ 0.005 % m/m como se determina en la ecuación 1, reporte como “0 % m/m” Los resultados de ensayos serán referenciados al Método de Ensayo D 473/API Capítulo 10.1 como procedimiento empleado.

Nota 3 Dado que los valores de agua y sedimento son comúnmente reportados como por ciento volumen, calcule el volumen de sedimento como por ciento de la muestra original. Como la mayor parte del sedimento probablemente sería arena (dióxido de silicio, el cual tiene una densidad de 2.32) y una cantidad más pequeña de otros materiales que están presente por naturaleza (con una densidad relativa menor que la arena), use una densidad arbitraria de 2 para el sedimento resultante. Entonces, para obtener el sedimento por ciento volumen, divida el sedimento por ciento masa por 2 y multiplique por la densidad relativa del petróleo crudo o petróleo combustible.

$$S_v = (S/2,0) \times \text{densidad relativa del petróleo}$$

Donde:

S_v = contenido de sedimento de la muestra como por ciento en volumen.

S= contenido de sedimento de la muestra como por ciento en masa.

10.2 Reporte que el procedimiento de mezclado de la muestra fue desarrollado de acuerdo con los procedimientos especificados en la Práctica D 5854 (API Capítulo 8.3). Reporte la temperatura de la muestra antes y después del mezclado.

10.3 El reporte de ensayo además contendrá todos los detalles necesarios para la identificación completa del producto ensayado; cualquier desviación, por acuerdo o de otro tipo, del procedimiento especificado y la fecha del ensayo.

11 Precisión y sesgo

11.1 Precisión- la precisión de este método de ensayo, basada en por ciento en masa y obtenida por examen estadísticos de resultados de ensayos íterlaboratorios en el rango de 0 a 0,4 %, se describe en 11.1.1 y 11.1.2.

11.1.1 Repetibilidad: La diferencia entre resultados de ensayos sucesivos obtenidos por el mismo operador con el mismo aparato bajo condiciones de operación constante sobre idéntico material de ensayo, podría a lo sumo, en operación correcta y normal del método de ensayo exceder los siguientes valores solo un caso en veinte.

$$r = 0.017 + 0.255 S \quad (3)$$

Donde:

r = repetibilidad del ensayo

S = resultado promedio, como por ciento en masa, de los valores que están siendo comparados

11.1.2. Reproducibilidad: La diferencia entre dos resultados simples independientes obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios sobre idéntico material de ensayo, podría a lo sumo, en operación correcta y normal del método de ensayo exceder los siguientes valores solo un caso en veinte

$$R = 0.003 + 0.255 S$$

Donde:

R = reproducibilidad del ensayo,

S= resultado promedio, como por ciento en masa, de los valores que están siendo comparados

11.2 Sesgo: El procedimiento en este método de ensayo no tiene sesgo debido a que el valor de sedimento puede ser definido solo en términos del método de ensayo.

12 Palabras claves

12.1 petróleo crudo; extracción; petróleo combustible; muestreo; sedimentos.

Anexo A1
(Normativo)

Información de advertencia

A1.1 Tolueno

A 1.1.1 Manténgase lejos del calor, las chispas y la llama abierta.

A 1.1.2 Vapores nocivos.

A 1.1.3 El tolueno es toxico.

A1.1.4 Debe tomar particular cuidado para evitar la inhalación del vapor y proteger los ojos.

A1.1.5 Mantenga el recipiente tapado.

A1.1.6 Use con una ventilación adecuada.

A1.1.7 Evite contacto prolongado y repetido con la piel.