

TITULO: Análisis de azufre en productos de petróleo por Energy Dispersive X-Ray Fluorecense Spectroscopie"	REVISION: A
PROCEDIMIENTO: ALFSP 035	PAGINA 1 DE 3
APROBACION: <i>[Signature]</i>	PUBLICACION: 4-30-2008
APROBACION: <i>[Signature]</i>	EFFECTIVIDAD: 4-30-2008

- 1.0 PROPOSITO
- 1.1 Asegurar la efectividad del análisis de azufre.
- 2.0 ALCANCE
- 2.1 Este método cubre la medida de azufre en hidrocarburos tales como naftas, destilados, aceites combustibles, residuos, lubricantes de base de aceite y gasolina sin plomo.
- 3.0 RESPONSABILIDAD
- 3.1 Será responsabilidad del Gerente de Laboratorio y técnicos a cargo de esta prueba cumplir con este procedimiento.
- 4.0 REFERENCIAS
- 4.1 Norma ISO 9001-2000: Quality Systems-Model for Quality Assurance in Production, Installation and Servicing
- 4.2 MSDS - Material Safety Data Sheet
- 4.3 ASTM D 4294
- 4.4 Manual del Manufacturero - HORIBA Instrument
- 5.0 EQUIPO
- 5.1 "Energy Dispersive X-Ray Fluorecense Spectroscopie"
- 5.2 Balanza Analítica
- 6.0 REACTIVOS Y MATERIALES
- 6.1 Pureza de Reactivos
- 6.1.1 Reagent grade chemicals" deben ser usados.
- 6.2 Di-n-Butyl Sulfide - contenido de azufre 21.91 porciento por masa.
- 6.2.1 Inflamable y tóxico
- 6.3 Aceite blanco, ACS "reagent grade o menos de 20 mg/kg azufre.
- 6.4 Estándares comerciales suplidos por BIOANALYTICAL Instruments y KOEHLER con su correspondiente certificado de calidad y pureza.
- 7.0 PROCEDIMIENTO
- 7.1 Preparación de celda de muestra
- 7.1.1 Limpie y seque las celdas antes de usar.
- 7.1.1.1 Envases desechables de muestras no deben ser rehusados.
- 7.2 Calibración y estandarización (Esta sección se incluye sólo como referencia. Se usarán estándares comerciales.)
- 7.2.1 Prepare estándares primarios pesando los componentes separadamente (no por dilución) a tres concentraciones 5, 2.5 y 1% por masa de azufre.
- 7.2.1.2 Cálculos de contenido se harán a 3 lugares decimales.
- 7.2.2 Pese de forma exacta la cantidad apropiada de aceite blanco en un envase de cuello estrecho y pese exactamente la cantidad apropiada de "di-n-butyl sulfide".

**COPIA NO CONTROLADA**  
Para Referencia Solamente

**ISSUED**

TITULO: Análisis de azufre en productos de petróleo por Energy Dispersive X-Ray Fluorecence Spectroscopie"	REVISION: B
PROCEDIMIENTO: ALFSP 035	PAGINA 2 DE 3
APROBACION: <i>[Signature]</i>	PUBLICACION: 4-30-2008
APROBACION: <i>Maria del R. Rojas</i>	EFFECTIVIDAD: 4-30-2008

- 7.2.3 Mezclar a temperatura de ambiente (usando movedor magnético cubierto de teflón).
- 7.2.4 Preparar estándares de calibración en tres rangos diluyendo los estándares primarios con aceite blanco.
- 7.2.5 Prepare los estándares mencionados y diluciones apropiadas para la gráfica de calibración para cubrir los 3 rangos.
  
- 7.3 Estándares de Calibración Certificados
  - 7.3.1 Estándares de calibración certificados por una organización de estándares reconocida serán utilizados por Alchem en la preparación de las curvas de calibración. Se obtendrán estándares del rango de 0.10 a 2.0%. De estos se usarán los que apliquen al rango de la curva que se quiera preparar. Se usarán 4 estándares para preparar las curvas de calibración.
  
- 7.4 Almacenaje de Estándares
  - 7.4.1 Almacene estándares en botellas de cristal en un lugar oscuro y fresco. Las tapas deberán tener revestimiento de un material inerte.
  - 7.4.2 Tan pronto observe sedimento o cambio en concentración descarte el estándar.
  
- 7.5 Preparación del Equipo
  - 7.5.1 Prepare el equipo de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
    - 7.5.1.1 Si es posible el equipo se correrá continuamente para mantener mayor estabilidad.
  
- 7.6 Análisis
  - 7.6.1 Prepare la celda con muestra y llene a una profundidad de 3/4 de la celda.
  - 7.6.2 Estándards
    - 7.6.2.1 Obtener 2 lecturas de cada estándar usando el tiempo de contaje recomendado para el instrumento (50-300 s). Para concentraciones de 0.10 a 5.0% el tiempo es 100 s.
    - 7.6.2.2 Inmediatamente repita el procedimiento con celdas recién preparadas y porciones frescas de estándares.
    - 7.6.2.3 De la data obtenida, calcule la lectura promedio para cada concentración de azufre.
    - 7.6.2.4 Prepare la curva de calibración de los resultados promedios. El instrumento hace eso automáticamente.
    - 7.6.2.5 Una vez preparada la curva analice uno o dos estándares de verificación de la calibración. Los valores de concentración obtenidos deben estar dentro de  $\pm 3\%$  del valor real de estándar.
  - 7.6.3 Análisis de Muestras
    - 7.6.3.1 Antes de llenar la celda puede ser necesario calentar muestras de viscosidad alta para facilitar el echarlas en la celda. (3/4 partes de la celda)
    - 7.6.3.2 Llene la celda hasta la profundidad requerida y asegurarse que no existen burbujas entre la ventana y el líquido.
    - 7.6.3.3 Obtenga dos lecturas consecutivas utilizando el tiempo de contaje recomendado para el instrumento en una porción de la muestra.

TITULO: Análisis de azufre en productos de petróleo por Energy Dispersive X-Ray Fluorecence Spectroscopy"	REVISION B
PROCEDIMIENTO: ALFSP 035	PAGINA 3 DE 3
APROBACION: <i>[Signature]</i>	PUBLICACION: 4-30-2008
APROBACION: <i>[Signature]</i>	EFFECTIVIDAD: 4-30-2008

- 7.6.3.4 Repita el procedimiento en 7.6.3.3 con celdas recién preparadas y muestra fresca.
- 7.6.3.5 Determine el promedio de las dos lecturas.
- 7.6.3.6 Asegurese que el valor de las muestras cae dentro del rango de la curva.

7.7 Cálculos

- 7.7.1 La concentración de azufre en la muestra es leída de la curva de calibración usando los contajes promedio para cada muestra. El instrumento hará esto automáticamente.
- 7.7.2 Documente los resultados a dos lugares decimales o tres cifras significativas.

7.8 Reporte

- 7.8.1 Reporte los resultados como el contenido total de azufre, % masa a dos sitios decimales y establezca que los resultados fueron obtenidos de acuerdo al método D 4294.

7.9 Repetibilidad y Reproducibilidad

7.9.1 Precisión

- 7.9.1.1 La precisión de este método es obtenida por análisis estadístico de resultados de pruebas entre laboratorios como sigue:

7.9.1.2 Repetibilidad

- 7.9.1.2.1 La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos por el mismo operador, con el mismo equipo bajo condiciones de operación constantes en materiales de prueba idénticos, podrían a la larga, en operación normal y correcta del método, exceder los siguientes valores sólo en un caso en veinte.

$$\text{Repetibilidad} = 0.02894 (X + 0.1691)$$

X = concentración de azufre en % por masa.

7.9.1.3 Reproducibilidad

- 7.9.1.3.1 La diferencia entre dos resultados sencillos e independientes obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios en idéntico material de prueba, podría, a la larga, exceder los siguientes valores sólo en un caso en veinte (ver Tabla 3).

$$\text{Reproducibilidad} = 0.1215 (X + 0.5555)$$

X = concentración de azufre en % por masa.

**COPIA NO CONTROLADA**  
Para Referencia Solamente

**ISSUED**