

CONTEC - SC-20Técnicas de Análíticas
de Laboratório**ANÁLISE DE SOLUÇÕES
CÁUSTICAS**

1ª Emenda

Esta é a primeira emenda da Norma PETROBRAS N-1356 REV. A, devendo ser grampeada na frente da Norma e se destina a modificar o seu texto na parte indicada a seguir.

7.1.1 Substituir: “...volume do solvente de titulação suficiente...” por “...volume de água suficiente...”

ANÁLISE DE SOLUÇÕES CÁUSTICAS

Método de Ensaio

Esta Norma substitui e cancela a sua revisão anterior.

Toda esta Norma foi alterada em relação à revisão anterior.

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. O Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma é o responsável pela adoção e aplicação dos itens da mesma.

Requisito Mandatório: Prescrição estabelecida como a mais adequada e que deve ser utilizada estritamente em conformidade com esta Norma. Uma eventual resolução de não seguí-la ("não-conformidade" com esta Norma) deve ter fundamentos técnico-gerenciais e deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "dever", "ser", "exigir", "determinar" e outros verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada (não-mandatória): Prescrição que pode ser utilizada nas condições previstas por esta Norma, mas que admite (e adverte sobre) a possibilidade de alternativa (não escrita nesta Norma) mais adequada à aplicação específica. A alternativa adotada deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "recomendar", "poder", "sugerir" e "aconselhar" (verbos de caráter não-impositivo). É indicada pela expressão: **[Prática Recomendada]**.

Cópias dos registros das "não-conformidades" com esta Norma, que possam contribuir para o aprimoramento da mesma, devem ser enviadas para a CONTEC - Subcomissão Autora.

As propostas para revisão desta Norma devem ser enviadas à CONTEC - Subcomissão Autora, indicando a sua identificação alfanumérica e revisão, o item a ser revisado, a proposta de redação e a justificativa técnico-econômica. As propostas são apreciadas durante os trabalhos para alteração desta Norma.

"A presente Norma é titularidade exclusiva da PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. - PETROBRAS, de uso interno na Companhia, e qualquer reprodução para utilização ou divulgação externa, sem a prévia e expressa autorização da titular, importa em ato ilícito nos termos da legislação pertinente, através da qual serão imputadas as responsabilidades cabíveis. A circulação externa será regulada mediante cláusula própria de Sigilo e Confidencialidade, nos termos do direito intelectual e propriedade industrial."

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

Apresentação

As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho – GTs (formados por especialistas da Companhia e das suas Subsidiárias), são comentadas pelos Representantes Locais (representantes das Unidades Industriais, Empreendimentos de Engenharia, Divisões Técnicas e Subsidiárias), são aprovadas pelas Subcomissões Autoras – SCs (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando os Órgãos da Companhia e as Subsidiárias) e aprovadas pelo Plenário da CONTEC (formado pelos representantes das Superintendências dos Órgãos da Companhia e das suas Subsidiárias, usuários das normas). Uma norma técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 (cinco) anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a norma PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as normas técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma estabelece um método de ensaio para determinar, por potenciometria, os teores de base ativa e alcalinidade total em soluções cáusticas. Aplica-se também à determinação da concentração de enxofre presente como sulfeto de sódio e mercaptetos de sódio.

1.2 Esta Norma não estabelece os requisitos de segurança relacionados a seu uso. Antes de iniciar qualquer manuseio de amostras, reagentes, materiais e equipamentos, consultar os procedimentos apropriados de segurança e de operação.

1.3 Esta Norma somente se aplica às análises realizadas a partir da data da sua edição.

1.4 Esta Norma contém somente requisitos mandatórios.

2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Os documentos relacionados em 2.2 e 2.3 são citados no texto e contêm prescrições válidas para a presente Norma.

2.1 Norma-Base

UOP 209-83 - Potenciometric Analysis of Used Refinery Caustic Solutions;

2.2 Referência Normativa

ASTM E 200 - Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard, and Reagent Solutions for Chemical Analysis;

2.3 Bibliografia

Estudo Sobre Soluções Cáusticas - Relatório N° 275-00102, setembro 1994 da RECAP/DIVEP/SEQUAL;

MORITA, Tokio & ASSUNÇÃO, Rosely M.V. *Manual de Soluções, Reagentes e Solventes*. 2ª edição, 1972. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda.;

AMERICAN CHEMICAL SOCIETY SPECIFICATIONS (ACS) COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS. *Reagent Chemicals*. Applied Publications American Chemical Society, Washington D.C., 1961.



3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições a seguir.

3.1 Alcalinidade Total (AT)

Soma, reportada como hidróxido de sódio, das concentrações de todas as espécies químicas presentes na solução cáustica que reagem com ácido forte.

3.2 Base Ativa (BA)

Soma, reportada como hidróxido de sódio, das concentrações do ânion hidroxila e de outros ânions (Nota) provenientes da reação entre os compostos de caráter ácido e a solução cáustica do processo de tratamento.

Nota: Além da concentração do ânion hidroxila, contribuem para a base ativa as concentrações dos ânions mercaptetos ($R-S^-$), fenolatos ($Ar-O^-$) e 50% dos ânions sulfeto (S^{2-}) e carbonato (CO_3^{2-}).

4 RESUMO

A base ativa e a alcalinidade total presentes em soluções cáusticas são determinadas por titulação potenciométrica com ácido forte. Os mercaptetos de sódio e o sulfeto de sódio são determinados através de titulação potenciométrica com solução de nitrato de prata.

5 APARELHAGEM E MATERIAL

5.1 Potenciômetro, potenciôgrafo ou processador de titulação com faixa de operação de no mínimo ± 1 V e sensibilidade de ± 2 mV.

5.2 Dosímetro.

5.3 Par de eletrodos de vidro//Ag/AgCl ou vidro/calomelano ou eletrodo combinado de pH.

5.4 Par de eletrodos de Ag/Ag₂S//vidro ou eletrodo combinado de Ag/Ag₂S.

6 REAGENTES

- Notas:
- 1) Todos os reagentes devem ser de grau P.A., com especificação equivalente à ACS.
 - 2) Qualquer referência à água deve ser considerada como água destilada e/ou desmineralizada, isenta de CO_2 e com pH entre 6,2 e 7,2.
 - 3) Todas as soluções devem ser preparadas, conforme descrito na norma ASTM E-200 ou segundo o Manual de Soluções, Reagentes e Solventes (MORITA, Tokio et al.).

6.1 Hidróxido de Amônio (NH_4OH) Concentrado.

6.2 Solução 1 N de ácido clorídrico (HCl), padronizada.

6.3 Solução 0,1 N de Nitrato de Prata (AgNO_3), padronizada.

6.4 Solução 1% de Sulfeto de Sódio ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$).

Nota: Esta solução deve ser preparada no momento de sua utilização.

6.5 Solução 3 M de Cloreto de Potássio (KCl) ou solução eletrolítica recomendada pelo fabricante, para enchimento do eletrodo.

6.6 Solvente de titulação, consistindo de solução 1:1 de álcool isopropílico e hidróxido de sódio 1 N, purgada com nitrogênio.

7 PROCEDIMENTO

7.1 Determinação da Alcalinidade Total (AT) e da Base Ativa (BA)

7.1.1 Pesar, com precisão de 0,01 g, em recipiente contendo um volume do solvente de titulação suficiente para a imersão dos eletrodos, uma quantidade adequada de amostra de acordo com a TABELA 1.

TABELA 1 - TEOR DE NaOH x QUANTIDADE DE AMOSTRA

Teor Esperado de NaOH (% massa)	Massa (g) da Amostra (ver Nota)
Menor que 2	12
2 - 4	6
4 - 8	2
Maior que 8	1

Nota: Caso seja mais conveniente, pipetar um volume adequado de amostra e determinar a sua massa, multiplicando este volume pela densidade.