

CONTEC - SC-20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

DETERMINAÇÃO DE
OXIGÊNIO EM ÁGUA

1ª Emenda

Esta é a 1ª Emenda da Norma PETROBRAS N-1462 REV. Ø, devendo ser grampeada na frente da Norma e se destina a acrescentar definições e modificar o seu texto na parte indicada a seguir.

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 segui-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 no texto 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.

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, 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.

1ª Emenda

Substituir a fórmula do item 4.6, por:

$$\text{ppm O}_2 = \frac{16.000 \text{ NS}}{v}$$

N = Normalidade da Solução $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

S = ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Gasto na Titulação

V = ml de Amostra Usada

DETERMINAÇÃO DE OXIGÊNIO EM ÁGUA

Método

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

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 segui-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-mandatária): 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."

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.

OXIGÊNIO DISSOLVIDO (Método)

Considerações Prévias

A causa da presença de oxigênio dissolvido na água é a solubilidade do oxigênio atmosférico. O nitrogênio, também solúvel na água, tem menor importância, por se tratar de um gás inerte do ponto de vista químico; mas a presença de oxigênio envolve consequências particularmente importantes para caldeiras de alta e média pressão, onde se recomenda o uso de desaeradores para a água de alimentação. De modo geral, a presença de oxigênio acelera os processos de corrosão, com todas as suas decorrências. É agressivo, em especial, para o aço-carbono. Entre os processos de remoção se encontram o citado uso de desaeradores e a remoção química por adição de um redutor, como o sulfito de sódio, por exemplo.

Comumente, os métodos de análise para oxigênio dissolvido são trabalhosos e requerem técnica apurada. Além de outros, há o método colorimétrico, e eletrométrico dead-stop, o potenciométrico e os volumétricos. Aqui se acham descritos quatro métodos: um potenciométrico, padrão, que deverá funcionar como método de referência (método "A") para determinações precisas; um volumétrico, basicamente idêntico ao anterior (método "B"); um volumétrico, mais simples e de menor precisão, no qual a amostragem é realizada em frasco para DBO (método "C"); e o método de Schwartz Gurney-Winkler, que se destina especialmente a águas desaeradas e apresenta um sistema original de eliminação de interferências (método "D").

N-1462

DETERMINAÇÃO DE OXIGÊNIO EM ÁGUA**1 - OBJETIVO**

1.1 - Os Métodos de determinação de oxigênio em água industrial compreendem numerosas técnicas volumétricas e instrumentais, cobrindo uma faixa de dígitos de ppb a dígitos de ppm.

1.2 - Quatro são os métodos aqui expostos:

Método "A" - método-padrão potenciométrico para concentrações abaixo de 1 ppm;

Método "B" - método volumétrico para concentrações superiores a 0,005 ppm;

Método "C" - método volumétrico simplificado para concentrações superiores a 0,05 ppm;

Método "D" - método Schwartz Gurney-Winkler para concentrações entre 0,005 e 0,1 ppm.

2 - MÉTODO "A"

2.1 - CAMPO DE APLICAÇÃO - Aplica-se à determinação de oxigênio dissolvido em vapor condensado, em água de alimentação de caldeiras e em água industrial, que apresentem concentração de oxigênio dissolvido inferior a 1 ppm. Na técnica de titulação, embora mais rigorosa do que no método dead-stop, pode-se trabalhar com equipamento convencional de laboratório. O preparo cuidadoso da solução alcalino-iodada de iodeto de potássio minimizará possíveis interferências redutoras.

2.2 - RESUMO DO ENSAIO - Colhe-se a amostra em ampola de vidro especialmente desenhada. Há liberação de iodo em quantidade equivalente ao oxigênio dissolvido da amostra. O iodo é titulado potenciometricamente, com tiossulfato, e o ponto final determinado pela taxa de variação máxima de mudança de voltagem, por incremento de tiossulfato.

2.3 - APARELHAGEM

2.3.1 - Um béquer de 800 ml, tipo Griffin, de fôrma baixa.

2.3.2 - Três buretas de 10 ou 25 ml, com orifício de torneira de calibre não superior a 2 mm e com ponta de diâmetro máximo inferior a 3 mm.

- 2.3.3 - Duas buretas de 10 ml, com divisões de 0,01 ml.
- 2.3.4 - Uma proveta graduada de 10 ml, com divisões de 0,1 ml.
- 2.3.5 - Um eletrodo de calomelano - qualquer tipo convencional.
- 2.3.6 - Um eletrodo de platina - qualquer tipo convencional.
- 2.3.7 - Um potenciômetro com limite de erro máximo de $\pm 0,003$ V e com faixa total da ordem de 1 V. O galvanômetro deste potenciômetro deverá ter resistência externa, de amortecimento crítico, da ordem de 10.000 ohms, e sensibilidade da ordem de 0,125 A por divisão de escala milimetrada. Pode-se escolher potenciômetro do tipo galvanômetro incluso ou externo, conforme se desejar; e, também, usar um eletrodo de vidro medidor de pH, com faixa de voltagem apropriada.
- 2.3.8 - Duas ampolas de amostragem, ilustradas na figura 1, com capacidade nominal de 500 ml. Não devem variar entre si de 10 ml, e a capacidade real será determinada com aproximação de 1 ml.
- 2.4 - REAGENTES - Todos os reagentes usados neste método serão de grau p.a.; e qualquer referência a água se entenderá como água destilada ou desmineralizada.

As informações sobre o preparo de reagentes não prescindem do conhecimento básico ou do desempenho técnico adequados ao trabalho químico. Preparar as soluções vários dias antes de usá-las, permitindo assim, que cheguem ao equilíbrio com o oxigênio atmosférico.

- 2.4.1 - Solução-padrão de iodo 0,1 N - Dissolver, em 60 ml de água, 6,346 g de iodo ressublimado em uma solução de 75 g de KI e diluir a 500 ml, em balão volumétrico. Guardar em vidro âmbar, bem tampado.
- 2.4.2 - Solução de sulfato manganoso (364 g/l) - Dissolver em água 364 g de sulfato manganoso ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), filtrar e diluir a um litro. Não deve haver liberação de iodo quando a solução é homogeneizada com uma solução acidificada de iodeto de potássio.