

ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE ÓLEO E GRAXA POR GRAVIMETRIA

Método de Ensaio

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.

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para determinação de óleo e graxa dissolvidos ou emulsificados em águas naturais e industriais, por técnica gravimétrica.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO (Nota 1)

2.1 Aplica-se à maioria dos rejeitos industriais, efluentes tratados e condensados de caldeira contendo óleos e graxas. Aplica-se igualmente às águas naturais poluídas.

2.2 Não é aplicável à medida de frações de baixo ponto de ebulição que volatilizam a temperaturas inferiores ao ponto de ebulição do solvente utilizado. Neste caso, e para concentrações de óleos e graxas inferiores a 10 mg/ℓ, é indicada a norma PETROBRAS [N-2454](#).

2.3 Não é aplicável a determinação de óleos e graxas em amostras que apresentam uma nítida camada de óleo separada da fase aquosa. Neste caso, determinar a quantidade de óleo, expressa em volume de óleo por volume de amostra (% vol.).

2.4 Não é aplicável a resíduos pesados de petróleo, porque podem conter frações significativas que não são extraídas pelo solvente.

Nota 1: Pode-se fazer um teste qualitativo para saber se a amostra contém óleo e graxa, pulverizando-se um pouco de cânfora sobre a superfície da amostra. A presença de óleo e graxa é indicada pela não evaporação da cânfora. Na ausência de óleo, há uma movimentação das partículas de cânfora sobre o líquido devido à evaporação da mesma.

3 INTERFERENTES

3.1 Os solventes apresentam, além da capacidade de dissolver óleos e graxas, a de extrair enxofre e matérias orgânicas em geral. Não é conhecido solvente capaz de dissolver seletivamente óleos e graxas.

Origem: CONTEC - Subcomissão nº 20 - Técnicas Analíticas de Laboratório.
Substitui e cancela a N-1468a.
Foi baseada nas normas ASTM D 2778 e CETESB L-5-142.

Toda Norma é dinâmica, estando sujeita a revisões. Comentários e sugestões, para seu aprimoramento, devem ser encaminhados à Comissão de Normas Técnicas da PETROBRAS - CONTEC.

Palavras-chaves: óleo - graxa - gravimetria - água

3.2 Pode ocorrer a formação de goma devido à oxidação de hidrocarbonetos insaturados que, entretanto, pode ser minimizada pelo controle da temperatura e do deslocamento de vapor durante a evaporação.

3.3 Óleos e graxas saponificados tendem a permanecer sob a forma de emulsão que pode ser quebrada, acidificando-se a amostra até pH = 1,0.

3.4 Na determinação de óleos e graxas, não se mede uma quantidade absoluta de uma substância específica, mas determinam-se quantitativamente as substâncias solúveis no solvente empregado. Isto equivale a dizer que óleos e graxas são definidos pelo método e pelo solvente empregados. A observação rigorosa dos detalhes de procedimento é fundamental, para se obter resultados repetitivos.

4 RESUMO

A amostra acidificada e saturada com cloreto de sódio é extraída com solvente orgânico. Após a vaporização do solvente na temperatura do ensaio, o resíduo é dessecado e determinada a sua massa. A massa obtida é relacionada ao volume de água amostrado.

5 SIGNIFICADO E USO

5.1 O problema causado pela película de óleos e graxas na superfície de águas está relacionado com a dificuldade de oxigenação dessas.

5.2 Os óleos e graxas podem ocorrer em despejos industriais parcialmente solubilizados, emulsificados por detergentes ou saponificados por álcalis, ou ainda, formando películas na superfície.

5.3 o conhecimento da quantidade de óleos e graxas presentes em um despejo é útil na solução de problemas encontrados em uma planta de operação para o tratamento de água, na determinação da eficiência dessas plantas e no controle subsequente do descarte desses materiais.

6 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- N-1351a - Água Reagente - Especificação;
- N-1372 - Amostragem de Despejos Hídricos de Refinarias - Procedimento;
- N-1439 - Terminologia de Análise de Água - Terminologia;
- N-2454 - Água - Determinação de Óleo e Graxa por Absorção no infravermelho - Método de Ensaio;
- ACS - American Chemical Society Specifications - COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS.

7 DEFINIÇÕES

Para as definições dos termos utilizados, consultar a norma PETROBRAS [N-1439](#).

8 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

8.1 Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes, materiais e equipamentos, consultar e aplicar os procedimentos apropriados de segurança e de operação dos equipamentos.

8.2 O ANEXO contém algumas informações de segurança referentes aos reagentes a serem utilizados pelo método.

9 APARELHAGEM E MATERIAIS (Nota 2)

9.1 Funil de separação de 1 ou 2 litros, com tampa e torneira de teflon.

9.2 Frasco de destilação de 125 mL ou Erlenmeyer de 200 mL (Nota 3).

9.3 Banho termostático, para manter a faixa de temperatura do solvente utilizado.

9.4 Filtro de papel quantitativo, sem cinzas, e diâmetro de 11 cm.

9.5 Agitador magnético, com barra de teflon ou agitador mecânico.

9.6 Condensador.

9.7 Balança analítica, com precisão de 0,0001 g.

9.8 Estufa.

9.9 Funil raiado.

9.10 Proveta graduada de 1000 mL.

Nota 2: A vidraria a ser usada deve estar isenta de qualquer contaminação por óleo e graxa. Para isto, lavar com água e detergente, mistura sulfocrômica e água destilada. Secar em estufa a 105 +/- 5°C e, em seguida, lavar com o solvente a ser usado no teste.

Nota 3: No caso de não ser necessária a recuperação do solvente, pode ser utilizada cápsula de vidro ou platina.