

DETERMINAÇÃO DE Fe, Cu E pH EM ÁGUAS - (CONTROLE DE CORROSÃO EM REFINARIA)

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.

DETERMINAÇÃO DE Fe, Cu e pH EM ÁGUAS
(Controle de corrosão em refinaria)

1 OBJETIVO

Esta Norma foi concebida para controle de corrosão nos equipamentos de refinaria, onde a agressividade da água se faz sentir pelos teores de ferro e cobre. O pH é determinado como um coadjuvante no quadro.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Os metais podem estar sob forma iônica simples, complexada com cianeto ou outros agentes complexantes, ou como parte de sólidos em suspensão, freqüentemente presentes. O ferro e o cobre são determinados a partir de 0,1 ppm.

3 INTERFERÊNCIA

3.1 O níquel, o manganês e o bismuto interferem na determinação do cobre. O níquel poderá ser removido antes de se dar a determinação, se for precipitado com dimetilgloxima. O manganês provoca o aparecimento de uma cor vermelha que se esvanece rapidamente. A fase clorofórmio deverá permanecer em repouso até o desaparecimento dessa cor. Alternativamente, o manganês poderá ser extraído com hidróxido de amônio 0,5 M. O bismuto não é comumente encontrado em águas de refinaria.

3.2 Amônia, sulfato, cianeto e matéria orgânica não interferem no ensaio.

4 RESUMO

A amostra, inclusive sólidos em suspensão, é concentrada, na presença de ácido sulfúrico, até aparecimento de fumaças brancas de óxido de enxofre VI (SO_3) e, então, tratada sucessivamente com ácido nítrico e água régia. Esse tratamento oxida qualquer matéria orgânica e também converte ferrocianetos em íon férrico. Prepara-se uma solução mater da amostra tratada e retiram-se alíquotas para a determinação de ferro e cobre. Determina-se o ferro colorimetricamente, sob a forma de íon complexo o-fenantrolina-ferroso de cor vermelha, depois de reduzido ao estado ferroso com cloridrato de hidroxilamina. O cobre é determinado colorimetricamente, pela cor amarela do complexo dietilditiocarbamato de cobre, após extração com clorofórmio. O pH da amostra original é determinado por intermédio de um medidor de pH, usando-se um sistema de eletrodos vidro-calomelano.

5 APARELHAGEM

5.1 Garrafas de vidro ou polietileno de 0,5 litro

5.2 Medidor de pH

5.3 Espectrofotômetro

6 REAGENTES

Todos os reagentes, serão do grau p.a., e qualquer referência a água será entendida como água destilada e/ou desmineralizada.

6.1 Hidróxido de amônio (NH_4OH) d = 0,91

6.2 Hidróxido de amônio 1:1

6.3 Soluções-tampão para determinação de pH

6.4 Clorofórmio

6.5 Sulfato de cobre pentaidratado $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

6.6 Etanol

6.7 Sulfato ferroso amoniacal $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4) 6\text{H}_2\text{O}$

6.8 Ácido clorídrico (HCl) d = 1,19

6.9 Cloridrato de hidroxilamina isenta de ferro

6.10 Ácido nítrico (HNO_3) d = 1,40

6.11 o-Fenantrolina a 0,5% em álcool etílico 1:1

6.12 Sulfocianeto de potássio (KSCN), solução a 20%

6.13 Dietilditioicarbamato de sódio, solução a 0,1%

6.14 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) d = 1,84

6.15 Detergente (Chromerge ou similar)

7 PROCEDIMENTO

7.1 Preparação da Curva de Calibração para o Ferro

7.1.1 Pesar 0,7021 g de sulfato ferroso amoniacal e transferir para um balão volumétrico de 1 litro. Juntar 200 ml de água e 10 ml de ácido sulfúrico e homogeneizar.

Esfriar e completar o volume. Esta será a solução A com 100 mg Fe/l. Diluir 100 ml da solução A a 1 litro para obter B com 10 mg Fe/l.