

ANÁLISE DE SULFATO DE ALUMÍNIO, PARA TRATAMENTO DE 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.

ANÁLISE DE SULFATO DE ALUMÍNIO, PARA TRATAMENTO DE ÁGUA

CONSIDERAÇÕES PRÉVIAS

O sulfato de alumínio em pedras deve ter granulometria tal que 100 % de seu volume passe através de um orifício de 76,2 mm (3 pol) e 75 %, no mínimo, seja retido em peneira de abertura nominal igual a 1,27 mm (1/2 pol). O sulfato de alumínio pulverizado, para uso em máquinas de alimentação a base seca, deve apresentar granulometria que permita a passagem de um volume nunca inferior a 90% através de peneira ASTM nº 10, de abertura nominal a 2,00 mm, e a passagem de 100% através de peneira ASTM nº 4, de abertura nominal igual a 4,76 mm. O sulfato de alumínio impuro ou purificado não deve conter percentual inferior a 9,0 % de alumínio solúvel, medido como Al, 17%, como Al_2O_3 .

O sulfato de alumínio líquido precisa ser razoavelmente límpido, de modo a permitir, sem dificuldades, a leitura de instrumentos de medida de vazão. Deve conter não menos que 4,25% de alumínio, solúvel em água, medido como Al, ou 8,0% como Al_2O_3 .

1 OBJETIVO

Este Método fixa o modo de se proceder à análise de sulfato de alumínio, seja em pedra, pulverizado ou líquido - purificado ou não - para uso no tratamento de água potável ou industrial.

2 DEFINIÇÕES

2.1 O sulfato de alumínio é o produto principal da reação entre ácido sulfúrico e minério rico em alumínio, tal como a bauxita.

2.2 Alúmem líquido é a solução quase saturada de sulfato de alumínio.

3 AMOSTRAGEM

As amostras devem ser tomadas no local de utilização.

3.1 Sulfato de alumínio sólido - em pedras ou pulverizado

3.1.1 Usar dispositivo mecânico de amostragem, quando o sulfato de alumínio for transportado por esteira rolante ou elevador.

3.1.2 Sulfato de alumínio ensacado

Devem ser amostrados 5 % dos sacos. Desprezar as amostras de sacos que estejam rompidos.

3.1.3 Na amostragem de material em pedras, a granel, em vagões ou caminhões, os pontos de amostragem devem ser selecionados, uniformemente, sobre a superfície do material. Sempre que possível, devem ser selecionados um mínimo de dez pontos, a intervalos regulares, tomando-se, pelo menos, 3k de amostra em cada ponto. É necessário que se tome cuidado para incluir uma fração proporcional de pedras e finos, para que se obtenha amostra representativa.

3.1.4 Quando em vagões ou caminhões, a granel ou em pacotes, o sulfato de alumínio pulverizado deve ser amostrado, usando-se tubo de amostragem ou outro dispositivo adequado, que tenha, pelo menos, 20 mm de diâmetro.

3.1.5 A amostra bruta, pesando no mínimo de 22 a 32 quilos, deve ser totalmente pulverizada, e, se necessário, homogeneizada e dividida, por quarteamento, para fornecer 3 amostras de 500 g. É essencial que estas amostras sejam lacradas em frascos de vidro, isolados de ar e umidade. Cada frasco de amostra necessita ser rotulado, para identificação, e assinada a etiqueta pelo amostrador.

3.1.6 A amostra de sulfato de alumínio fornecida ao laboratório, em pedras ou pulverizado, com aproximadamente 500 g, será quarteada até 100 g; essa quantidade será pulverizada, mecânica ou manualmente, de forma a que toda ela passe em peneira ASTM nº 30, de abertura nominal igual a 0,590 mm. Após homogeneização, esta amostra será guardada em frascos de vidro hermeticamente fechados. As quantidades necessárias serão pesadas o mais rapidamente possível, a fim de evitar absorção de umidade. As análises da amostra precisam ser concluídas em 5 dias.

3.2 Alúmem líquido

Porções uniformes devem ser tomadas, em cinco intervalos iguais de tempo durante a descarga do carro ou vagão-tanque. É necessário que a amostra bruta tenha aproximadamente 2 quilos e seja inteiramente homogeneizada, retirando-se 3 porções de cerca de 500 g, cada uma. Estas têm que ser colocadas em frascos selados, à prova de ar e umidade. Cada frasco de amostra precisa ser rotulado, para identificação, e a etiqueta assinada pelo amostrador.

4 DETERMINAÇÃO DE MATERIAL INSOLÚVEL

4.1 Pesar 5,0 g da amostra impura, ou 20 g da amostra purificada, a 40 g da amostra líquida, e dissolver em aproximadamente 150 ml de água quente. Em seguida, agitar por alguns minutos, filtrar em cadinho de vidro sinterizado, ou gooch, previamente secado a 100-105°C e pesado. Lavar o resíduo com água quente, pelo menos 10 vezes, ou até que esteja livre de sulfatos. Guardar o filtrado e as águas de lavagem, para determinar a alumina solúvel, Secar o resíduo a 100-105°C, até peso constante.

4.2 Cálculo

Calcular a porcentagem de matéria insolúvel, de acordo com a seguinte fórmula:

$$\% \text{ material insolúvel} = \frac{R}{A} \times 100$$

onde: R = resíduo insolúvel, g
A = peso da amostra, g

Nota - Na amostra impura, o material insolúvel não deve exceder a 10%, e purificada, a 0,5%.

5 REAGENTES

Todos os reagentes aqui mencionados serão do grau p.a., e qualquer referência à água se entenderá como água reagente dos tipos I a III (Norma [N-1351](#)). Soluções não especificadas serão entendidas como soluções aquosas.

6 DETERMINAÇÃO DE ALUMINA SOLÚVEL

6.1 Reagentes (ver item 5)

6.1.1 Ácido clorídrico concentrado (HCl - d = 1,19)

6.1.2 Ácido nítrico concentrado (HNO₃ - d = 1,4)

6.1.3 Hidróxido de amônio diluído 1:1

Medir 500 ml de NH₄OH concentrado e diluir a 1000 ml, com água.

6.1.4 Indicador vermelho de metila

Dissolver 1,0 g do indicador em 50 ml de álcool a 95%.

6.1.5 Cloreto de amônio (NH₄Cl)

Dissolver 20,0 g de cloreto de amônio em 1000 ml de água.

6.2 Execução

6.2.1 Transferir o filtrado da matéria insolúvel para um balão volumétrico de 1000 ml, deixar esfriar à temperatura ambiente, completa com água e agitar vigorosamente (se o íon férrico tiver que ser determinado nesta solução, fazê-lo imediatamente). Medir porções em duplicata, cada uma delas equivalente a 0,5 g da amostra sólida (ou 1,0 da amostra líquida), em bécher de 400 ml, e diluir para aproximadamente 200 ml, com água.

6.2.2 Adicionar 5,0 g de cloreto de amônio e agitar até que se complete a dissolução.