

## ANÁLISE QUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO OU DE HIDRÓXIDO DE POTÁSSIO

### Método

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.

**PÁGINA EM BRANCO**



**Documents**

Document Sharing Hub

## **1 OBJETIVO**

1.1 Esta Norma estabelece os métodos de ensaio necessários à análise dos seguintes produtos comerciais:

1.1.1 Hidróxido de sódio em solução a 50 % m/m e a 73 % m/m ou sólido (escamas, lentilha, pó ou fundido).

1.1.2 Hidróxido de potássio em solução a 45 % m/m ou sólido (escama, lentilha, pó ou fundido).

1.2 Os métodos de ensaio apresentados nesta Norma cobrem as seguintes determinações:

- a) Hidróxidos e Carbonatos (por Titulometria)
- b) Cloreto (por Titulometria);
- c) Cloreto (por Titulação Potenciométrica);
- d) Ferro Total (por Absorção Molecular);
- e) Sulfato (por Gravimetria);
- f) Insolúveis em H<sub>2</sub>O (por Gravimetria).

1.3 Esta Norma não estabelece os requisitos de segurança relacionados ao seu uso. É responsabilidade do usuário desta Norma consultar os procedimentos apropriados de segurança, antes de iniciar qualquer manuseio da amostra, reagentes, materiais e equipamentos.

1.4 Esta Norma somente se aplica às análises químicas de NaOH e KOH realizadas após a sua edição.

1.5 Esta Norma contém somente Requisitos Mandatórios.

## **2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES**

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

### **2.1 Norma-Base**

ASTM E 291-90 - Chemical Analysis of Caustic Soda and Caustic Potash (Sodium Hydroxide and Potassium Hydroxide).

## 2.2 Referências Normativas

|                  |                                                                                                                   |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| PETROBRAS N-1459 | - Determinação de Ferro em Água;                                                                                  |
| PETROBRAS N-1889 | - Amostragem de Produtos Sólidos Particulados, Higroscópicos e Não-Higroscópicos, para Poços de Petróleo;         |
| ASTM D 1068      | - Standard Test Methods for Iron in Water;                                                                        |
| ASTM E 200       | - Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis. |

## 2.3 Bibliografia

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

American Chemical Society Specifications (ACS) Committee on Analytical Reagents. *Reagent Chemicals*. Applied Publications American Chemical Society, Washington D.C., 1986.

## 3 SIGNIFICADO E USO

Hidróxido de sódio e hidróxido de potássio são utilizados em um grande número de processos. Os reagentes são encontrados em várias especificações dependendo da sua utilização. Soluções aquosas concentradas destes álcalis são disponíveis comercialmente, sob os nomes de soda cáustica líquida e potassa cáustica líquida.

## 4 REAGENTES

### 4.1 Considerações Gerais

4.1.1 Todos os reagentes devem ser de grau P.A., com especificação equivalente à da ACS.

4.1.2 Qualquer referência à água deve ser entendida como destilada e/ou deionizada, isenta de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e com pH entre 6,2 e 7,2.

4.1.3 As soluções devem ser preparadas conforme descrito na norma ASTM E 200 ou de acordo com o Manual de Soluções, Reagentes e Solventes (MORITA, Tokio et al).

## **5 AMOSTRAGEM**

### **5.1 Considerações Gerais**

5.1.1 A amostragem deve ser feita de modo a reduzir ou evitar a exposição dos hidróxidos de sódio e de potássio à atmosfera, uma vez que estes produtos em solução ou sólido, absorvem umidade e CO<sub>2</sub>. As soluções aquosas são corrosivas, portanto o sistema de amostragem e os recipientes de amostra devem ser selecionados, para evitar contaminação com qualquer constituinte que posteriormente será determinado.

5.1.2 Solução de potassa cáustica a 45 % m/m permanece líquida em temperaturas até -29°C. As soluções de soda cáustica, dependendo da temperatura, sofrem congelamento parcial que modifica a sua composição, causando problemas de amostragem. Portanto as seguintes temperaturas mínimas devem ser mantidas durante a amostragem de soda cáustica líquida:

| <b>Solução de NaOH, % m/m</b> | <b>Temperatura Mínima</b> |
|-------------------------------|---------------------------|
| 50                            | 20°C (68°F)               |
| 53                            | 30°C (86°F)               |
| 70 a 73                       | 71°C (160°F)              |

### **5.2 Recipientes para Amostras**

As amostras devem ser acondicionadas em recipientes de polietileno ou polipropileno.

### **5.3 Sistemas e Técnicas de Amostragem**

#### **5.3.1 Soluções de Soda e Potassa Cáusticas**

A amostragem em tanques com grande capacidade não deve ser feita através de mergulhador ou de sua torneira. Inúmeros sistemas especialmente projetados são disponíveis para amostragem nos vários níveis dos tanques. Um tipo útil de amostrador para pequenos tanques tem três ou cinco recipientes montados em um único bastão, de modo que, quando o sistema é introduzido no tanque e as rolhas puxadas, são tomadas amostras, simultaneamente, em níveis diferentes. Estas são então misturadas, para fornecer uma amostra representativa. A amostragem deve ser realizada no mínimo em três níveis: no terço superior, no terço médio e no terço inferior do tanque. Se não for necessário analisar o líquido antes do descarregamento, a amostragem poderá ser efetuada por gotejamento contínuo, por meio de pequena torneira com válvula reguladora, instalada numa seção vertical da linha de descarga. O gotejamento é cronometrado de modo a coletar uniformemente a quantidade desejada da amostra durante o tempo de descarga.

### 5.3.2 Produtos Sólidos

5.3.2.1 Soda ou potassa cáustica sólidas, de grau comercial, são embaladas em tambores ou sacos plásticos, nas formas fundida, de escamas, pulverizada ou de lentilha. A amostragem e o manuseio destes produtos devem ser feitos com o mínimo de exposição à atmosfera.

5.3.2.2 No caso de hidróxidos de sódio e de potássio em escamas, lentilhas ou pó, deve ser removida uma camada de 75 mm a 100 mm da parte superior do produto no tambor, sendo a amostra tomada da parte central do mesmo. A amostra deve ser colocada imediatamente em um recipiente de boca larga, e este fechado e selado com fita adesiva ou de parafina.

5.3.2.3 Para amostrar soda ou potassa cáusticas fundidas, embaladas em tonéis de metal, estes devem ser abertos na costura vertical. O bolo sólido deve ser quebrado no seu centro, no sentido vertical. Pequenos fragmentos representativos da seção transversal do bolo sólido devem ser retirados, imediatamente armazenados em recipientes (polietileno ou polipropileno) de boca larga e selados. No laboratório, os fragmentos devem ser reduzidos a tamanhos convenientes, acondicionados em frascos e misturados vigorosamente antes da análise.

Nota: Durante o manuseio de soda e potassa cáusticas sólidas devem ser evitadas possíveis contaminações com metal.

5.3.2.4 Para a amostragem de soda ou potassa cáusticas embaladas em saco plástico, utilizar a norma PETROBRAS [N-1889](#).

## 6 DETERMINAÇÃO DE HIDRÓXIDOS E CARBONATOS (POR TITULOMETRIA)

### 6.1 Objetivo

Este método estabelece o modo de se proceder à determinação do teor de hidróxidos e carbonatos em soluções de soda cáustica a 50 % m/m e a 73 % m/m, de potassa cáustica a 45% m/m e em soda e potassa cáusticas sólidas.

### 6.2 Resumo

O teor de hidróxidos e carbonatos é determinado por titulação, em duas alíquotas distintas e de igual volume, com solução de ácido clorídrico, utilizando-se numa titulação o indicador alaranjado de metila e na outra titulação, fenolftaleína.

### 6.3 Reagentes e Materiais

6.3.1 Solução 1N de ácido clorídrico (HCl).

6.3.2 Solução indicadora 0,1% m/V de fenolftaleína.

6.3.3 Solução indicadora 0,1% m/V de alaranjado de metila.

6.3.4 Água livre de dióxido de carbono (recém fervida e à temperatura ambiente).

6.3.5 Bureta de 25 mL.

6.3.6 Frasco de Erlenmeyer de 250 mL.

6.3.7 Pipeta volumétrica de 50 mL.

6.3.8 Balão volumétrico de 100 mL.

### 6.4 Procedimento

6.4.1 Pesar em um pesa-filtro, tarado, uma quantidade de amostra de acordo com a TABELA 1.

**TABELA 1 - QUANTIDADE DE AMOSTRA**

| <b>Tipo de Amostra</b> | <b>Quantidade, em g</b> |
|------------------------|-------------------------|
| NaOH a 50% m/m         | 20                      |
| NaOH a 73% m/m         | 15                      |
| NaOH sólido            | 10                      |
| KOH a 45% m/m          | 40                      |
| KOH sólido             | 20                      |

6.4.2 Transferir a massa da amostra, quantitativamente, para um balão volumétrico de 1 litro, usando várias lavagens com água livre de CO<sub>2</sub> e avolumar (Vd).