

DETERMINAÇÃO DE CARBONO EM CATALISADOR USADO

Método Volumétrico

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 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-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 CARBONO EM CATALISADOR USADO (Método Volumétrico)

1 OBJETIVO

Este Método fixa o modo de se proceder à determinação, por combustão a seco, de carbono total em catalisador usado.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Pode ser empregado para determinação de carbono de catalisador usado contendo no máximo 2% de enxofre.

3 INTERFERÊNCIAS

Amostras de catalisador contendo hidrocarbonetos voláteis devem ser previamente tratadas, para remoção dos mesmos. A extração deve ser feita com solvente adequado, como por exemplo tetracloreto de carbono ou pentano, seguida de secagem.

4 RESUMO

A amostra é queimada em corrente de oxigênio. Os gases resultantes, dióxido de carbono e oxigênio, são recolhidos em uma bureta de volume adequado. O dióxido de carbono é removido por absorção em solução cáustica. O teor em carbono do catalisador é calculado com base no volume de dióxido de carbono absorvido.

5 APARELHAGEM

O equipamento LECO foi escolhido como capaz de atender ao objetivo do ensaio. Qualquer outro equipamento que realizar performance equivalente poderá ser utilizado.

5.1 Conjunto de medição

É basicamente constituído por buretas e outros recipientes de vidro conjugados, dispondo de todas as facilidades para determinar o teor de CO₂ nos gases provenientes da combustão.

Nota - Observar a foto 1 e a figura 1 na leitura dos parágrafos seguintes, para identificar as partes referidas por letras.

5.1.1 Buretas

Com capacidade para 1000 ml e 500 ml, com hastes graduadas em volumes de 200 ml e 20 ml, respectivamente. As graduações crescem de baixo para cima a partir do nível zero. A posição do nível líquido é uma medida direta do volume de gás carbônico absorvido depois que o gás de uma bureta cheia é processado na pipeta de absorção. As graduações da haste são expressas em uma escala especial onde a unidade é 20 ml. A escolha desta unidade se apóia no fato de que a cada volume de dióxido de carbono de 20 ml, nas condições ambienteis do laboratório, corresponde aproximadamente um teor de carbono de 1% por grama de amostra queimada. As hastes de 200 ml e 20 ml representam, respectivamente, capacidades de acúmulo de gases provenientes da combustão de amostras de 1 g, contendo 10% e 1% de carbono. Por isso são as buretas respectivamente referidas como 10% e 1%. As válvulas de retenção, C e C', localizadas na parte superior das buretas, e as pipetas-reservatório que contêm cáustico, D e D', permitem a passagem de gás, mas não de líquido. Estão ainda localizadas na parte superior das buretas duas válvulas de três vias, A e A', que permitem o acúmulo de gases de combustão proveniente do forno, a transferência desses gases para a pipeta contendo solução cáustica, o escoamento, para a atmosfera, dos gases processados e a zeragem da bureta após o recebimento dos gases de combustão. Outra válvula de três vias, B, dirige o fluxo de gás do forno para cada uma das buretas, ou de uma bureta para outra.

5.1.2 Pipetas

Cada pipeta contém uma solução forte de hidróxido de sódio, para absorção do dióxido de carbono. Utiliza-se um chumaço de lã de aço na pipeta, para prover um aumento de superfície de contato entre a fase gasosa e a solução cáustica, visando otimizar a absorção do dióxido de carbono.

5.1.3 Frascos de nivelamento

O sistema de nivelamento é realizado de modo que a pressão sobre o líquido dentro do frasco possa ser mudada pela admissão de ar comprimido. Por intermédio das válvulas F e F' e das válvulas E e E' as buretas podem ser enchidas ou esvaziadas, o gás transferido e a pressão ajustada para a leitura da bureta.

5.1.4 Válvulas

Para enchimento, funcionamento e esvaziamento das buretas, usa-se uma única válvula, E ou E', que pode ser posicionada de modo a propiciar a aplicação alternativa de uma pressão de 0,14 Kg/cm² (2 lb/pol²) de oxigênio ou a pressão atmosférica. As válvulas F e F' são usadas para ajustes finos de pressão nos frascos de nivelamento, antes da leitura das buretas. O nível líquido em cada bureta deve estar na marca zero quando todo o sistema estiver sob pressão atmosférica. O nível deve ser ajustado caso necessário, juntando-se ou removendo-se solução dos frascos de nivelamento.

Nota - A temperatura do líquido nos frascos de nivelamento e buretas é mantida uniforme por intermédio de um sistema de camisas de água e serpentinas ligadas a um sistema de circulação comum a todo o conjunto.

5.2 Forno

É basicamente constituído por um tronco de cilindro de material refratária, em cujo eixo é ajustado o tubo de combustão. Realiza-se o controle de temperatura por intermédio de um pirômetro, incluindo um par termoelétrico e fiação. Dispõe de todos os recursos para a queima, em atmosfera de oxigênio, do material combustível depositado no catalisador e condução dos gases provenientes da combustão, para que sejam processados no conjunto de medição.

5.2.1 Tubo de combustão

Tubo cilíndrico de porcelana, de dimensões adequadas ao forno, onde é introduzida a barqueta com a amostra.

5.2.2 Barqueta

Dispositivo de porcelana em forma de canoa, com capacidade para conduzir dois a três gramas de amostra.

5.3 Aparelhagem diversa

Conjuntos de combustão e análise de gases de combustão, por via volumétrica, requerem equipamentos adicionais. Entre estes, podem ser citados os seguintes: suprimento de força, bomba de circulação, válvula reguladora de pressão de dois estágios, com saída para 0,14 kg/cm² (2 lb/pol²), cilindro de oxigênio, conjunto de purificação do oxigênio, chicana do adutor de oxigênio, retentor de enxofre, frascos para armazenamento das amostras pesadas.

Nota - A consulta ao catálogo distribuído pela firma fornecedora do equipamento é indispensável para um perfeito ajuizamento das disponibilidades de material e uso indevido da aparelhagem.

6 REAGENTES

6.1 Catalisador de óxido de cobre

6.2 Oxigênio tecnicamente puro

6.3 Solução de nivelamento

Solução de ácido sulfúrico 0,5 N contendo 0,5 g de detergente por litro e gotas de indicador vermelho de metila.

6.4 Tela de prata, malha de 20

6.5 Hidróxido de sódio, NaOH

Solução aquosa, 50% em peso.

6.6 Hidróxido de sódio, NaOH

Solução aquosa, 25% em peso.

6.7 Absorvedor de enxofre, dióxido de manganês