

DETERMINAÇÃO DE TRAÇOS DE ENXOFRE EM DESTILADOS DE PETRÓLEO

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 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 TRAÇOS DE ENXOFRE EM DESTILADOS DE PETRÓLEO
(Método da Redução com Catalisador de Níquel Raney)

1 OBJETIVO

Este Método fixa o procedimento para determinar baixas concentrações de enxofre, na faixa de 0,1 a 200 ppm, em frações destiladas isentas de gás sulfídrico.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

É aplicável a frações não olefínicas, tais como naftas de destilação direta, cargas de processamento submetidas a hidrotratamentos, reformados e frações aromáticas em geral. A presença de olefinas é limitada a 2%. Formas oxidadas de enxofre, como ácidos sulfônicos, não são determinadas quantitativamente, entretanto esta Norma pode ser aplicado com restrições em cargas que tenham sofrido tratamento com ácido sulfúrico.

3 NORMAS A CONSULTAR

DA PETROBRAS

- N-1351 - Amostragem de água reagente.
- N-1612 - Método de preparação, padronização e estocagem de soluções-padrão para análises químicas.

4 RESUMO

A amostra é tratada com níquel Raney ativado, para converter enxofre orgânico em sulfeto de níquel. Posteriormente, reagindo com ácido clorídrico, provoca-se a formação de sulfeto de hidrogênio, que é transportado por uma corrente de gás inerte para um vaso de titulação. O H_2S formado é absorvido por solução de hidróxido de sódio e acetona e titulado com acetato mercúrico em presença de indicador de ditizona.

Propriedade da PETROBRAS

Palavras-chave:

enxofre, traços, níquel Raney

5 APARELHAGEM

5.1 Aparelho para determinação de traços de enxofre orgânico pelo método de redução com níquel ativado (ver figura 1)

5.1.1 Transformador de potência variável

5.1.2 Manta de aquecimento para balão de 100 mℓ

5.2 Cilindro de N₂

Dispondo de todas as facilidades instrumentais para controle de fluxo e acesso às duas entradas para gás inerte do aparelho acima referido. Incluem-se como tais: válvulas, conexões, tubulações de vidro, Tygon ou borracha sintética, etc.

5.2.1 Manômetro com graduação na faixa de 0 a 1 kgf/cm²

5.3 Balança com capacidade para 500 g e sensibilidade de 0,05 g

5.4 Funil de separação de 125 mℓ

5.5 Provetas de 10 e 50 mℓ

5.6 Balão volumétrico de 1000 e 2000 mℓ

5.7 Pipeta de Mohr de 1 mℓ

5.8 Pipetas volumétricas de 1,5 e 10 mℓ

5.9 Bureta de 10 mℓ

5.10 Papel de filtro Whatman nº 41 ou equivalente

6 REAGENTES

Todos os reagentes serão de grau p.a., afora afirmação expressa em contrário, e qualquer referência a água será entendida como à reagente, conforme [N-1351](#) e isenta de oxigênio dissolvido.

6.1 Solução de absorção de cloreto de cádmio CdCl₂.2, 5H₂O

Dissolver 100 g de cloreto de cádmio em 250 mℓ de água contendo 10 mℓ de HCl concentrado. Diluir a 1 litro com água. Resfriar 15 °C e usar imediatamente quando necessário.

6.2 Acetato de mercúrio II Hg (C₂H₃O₂)₂

Baixo título. Equivalente a 30 µg S/mℓ. Dissolver 0,41 g de óxido de mercúrio II em 50 mℓ de solução aquosa contendo 2 mℓ de ácido acético. Avolumar a 2000 mℓ com água em balão volumétrico. Padronizar contra 5 mℓ da solução-padrão de S, conforme item 7.