

DETERMINAÇÃO DE TRAÇOS DE Fe, Cu, Pb, Zn E Na EM QUEROSENE E NAFTA

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 Fe, Cu, Pb, Zn E Na
EM QUEROSENE E NAFTA
(método)

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de traços de Fe, Cu, Pb, Zn e Na, na faixa de concentração de $\mu\text{g/kg}$ em querosene e nafta, por extração ácida e técnica de espectrofotometria de absorção atômica.

2 NORMAS A CONSULTAR

Da ASTM (American Society for Testing and Materials)

- (a) D-4306 - Standard Practice for Aviation Fuel Sample Containers for Tests Affected by Trace Contamination.
- (b) D-4057 - Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products.
- (c) D-1193 - Specification for Reagent Water.

3 RESUMO

Os metais são inicialmente extraídos da nafta ou querosene de aviação com solução de ácido nítrico em presença de bromo. Este extrato é, então submetido à análise dos metais por espectrofotometria de absorção atômica.

4 APARELHAGEM

4.1 Para a extração da amostra (Anexo I).

4.1.1 Balão de fundo redondo de 1000 mL de capacidade com boca esmerilhada e junta-padrão interna de 24/40.

Propriedade da PETROBRAS

Palavras-chave: Traço de Metal
- Extração Ácida
- Absorção Atômica
- Querosene - Naftas.

4.1.2 Condensador com 400 mm de comprimento e junta-padrão inferior externa de 24/40.

4.1.3 Reservatório para bromo com tampa, graduado com subdivisões de 0,2 mL e com capacidade de 10 mL (ANEXO II).

4.1.4 Manta de aquecimento para balão de 1000 mL de capacidade.

4.1.5 Agitador magnético.

4.1.6 Funil de separação de 250 mL de capacidade.

4.1.7 Becher de 250 mL de capacidade.

4.1.8 Vidro de relógio.

4.1.9 Placa de aquecimento.

4.1.10 Balão volumétrico de 25 mL de capacidade.

4.2 Para Determinação dos Metais

4.2.1 Becher de 250 mL de capacidade.

4.2.2 Balão volumétrico de 1000 mL de capacidade.

4.2.3 Pipeta volumétrica de 5 mL de capacidade.

4.2.4 Pipeta volumétrica de 10 mL de capacidade.

4.2.5 Frasco em polietileno.

4.2.6 Espectrofotômetro de absorção atômica incluindo as lâmpadas de catodo oco de Fe, Cu, Pb, Zn e Na e queimador para chama de ar/acetileno.

Nota 1: Toda a aparelhagem de vidro deve ser lavada três vezes com solução 1:1 de ácido nítrico p.a e depois enxaguada abundantemente com a mesma água utilizada para a análise.

5 EXECUÇÃO

5.1 Precauções de Segurança

5.1.1 Procedimento adequado para operar com o espectrofotômetro de absorção atômica deve ser descrito e seguido para assegurar não apenas a confiabilidade dos resultados como também a segurança do operador. Explosão resultante do retorno da chama pode ser eliminada quando o queimador apropriado é utilizado e a sequência correta de operações é seguida.

5.1.2 Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes e materiais consultar e aplicar os procedimentos apropriados de segurança (Anexo III).

5.2 Materiais, Reagentes e Soluções

Todos os reagentes usados neste método, exceto quando mencionado, devem ser do grau pró-análise, equivalente à especificação ACS. Qualquer referência a água deve ser entendida como água tipo II conforme ASTM D-1193.

5.2.1 Ácido nítrico ultrapuro.

5.2.2 Solução 1:99 de ácido nítrico.

Diluir 10 mL de ácido nítrico a 1000 mL com a mesma água utilizada para fazer o branco e a amostra.

5.2.3 Ácido clorídrico concentrado.

5.2.4 Solução de ácido clorídrico 1:1.

5.2.5 Tetracloreto de carbono ou clorofórmio.

5.2.6 Bromo.

5.2.7 Solução de bromo 1:1 em tetracloreto de carbono ou clorofórmio.

Misturar 100 g de bromo com 100 g de tetracloreto de carbono ou clorofórmio. Guardar em frasco de vidro escuro, sob refrigeração.

5.2.8 Ciclo hexeno.

5.2.9 Ferro em fio (99% de pureza mínima).

5.2.10 Solução estoque de ferro (1000 mg/L)

Tomar a massa de 1,000 g de ferro em fio para becher de 250 mL. Juntar 100 mL de água e 10 mL de ácido clorídrico concentrado. Cobrir e aquecer suavemente até completa dissolução do metal. Deixar esfriar, transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL e avolumar com água. Esta solução é estável por 6 meses e deve ser estocada em frasco de polietileno.

5.2.11 Cobre em fio (99% de pureza mínima)

5.2.12 Solução estoque de cobre (1000 mg/L)

Tomar a massa de 1,000 g de cobre em fio para becher de 250 mL. Adicionar 100 mL de água e 20 mL de ácido nítrico e aquecer até completa dissolução do metal. Deixar esfriar, transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL e avolumar com água. Esta solução é estável por 6 meses e deve ser estocada em frascos de polietileno.