

Querosene e Nafta - Determinação de Traços de Cu, Fe, Na, Pb e Zn pelas Técnicas de FAAS, GFAAS e ICP - AES

Método de Ensaio

Esta Norma substitui e cancela a sua revisão anterior.

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. A Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma é a responsável pela adoção e aplicação das suas seções, subseções e enumerações.

Requisito Técnico: 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 pela Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma. É caracterizada por verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada: 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 pela Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma. É caracterizada por 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 seu aprimoramento, 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, a seção, subseção e enumeração a ser revisada, 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 aplicação interna na PETROBRAS e Subsidiárias, devendo ser usada pelos seus fornecedores de bens e serviços, conveniados ou similares conforme as condições estabelecidas em Licitação, Contrato, Convênio ou similar.

A utilização desta Norma por outras empresas/entidades/órgãos governamentais e pessoas físicas é de responsabilidade exclusiva dos próprios usuários."

Apresentação

As Normas Técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho - GT (formados por Técnicos Colaboradores especialistas da Companhia e de suas Subsidiárias), são comentadas pelas Unidades da Companhia e por suas Subsidiárias, são aprovadas pelas Subcomissões Autoras - SC (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando as Unidades da Companhia e as Subsidiárias) e homologadas pelo Núcleo Executivo (formado pelos representantes das Unidades da Companhia e das Subsidiárias). Uma Norma Técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As Normas Técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a Norma Técnica PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as Normas Técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

1 Escopo

1.1 Esta Norma prescreve os métodos de determinação de traços de Cu, Fe, Na, Pb e Zn pelas técnicas de espectrometria de absorção atômica de chama ou emissão atômica por plasma indutivamente acoplado (procedimento A) e absorção atômica com forno de grafite (procedimento B).

1.2 O método é aplicável a querosene e nafta na faixa de concentração de µg/kg.

1.3 Esta Norma se aplica a métodos iniciados a partir da data de sua edição.

1.4 Esta Norma contém Requisitos Técnicos e Práticas Recomendadas.

2 Referências Normativas

Os documentos relacionados a seguir são indispensáveis à aplicação deste documento. Para referências datadas, aplicam-se somente as edições citadas. Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes dos referidos documentos.

PETROBRAS [N-2549](#) - Segurança em Laboratório Químico;

ASTM [D1193](#) - Standard Specification for Reagent Water;

ASTM [D4057](#) - Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products;

ASTM [D4306](#) - Standard Practice for Aviation Fuel Sample Containers for Tests Affected by Trace Contamination;

ASTM [D6732](#) - Standard Test Method for Determination of Copper in Jet Fuels by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry;

UOP [549](#) - Sodium in Petroleum Distillates by Flame Emission, Using an Atomic Absorption Spectrophotometer.

3 Termos e Definições

Para os efeitos deste documento aplicam-se os seguintes termos e definições.

3.1

FAAS

Espectrometria de Absorção Atômica com Chama

3.2

GFAAS

Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite

3.3

ICP-AES

Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado

NOTA ICP-AES é também denominada Espectrometria de Emissão Ótica por Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES).

3.4**padrão de verificação**

padrão cujo valor de concentração esteja no meio da curva analítica

4 Resumo

O procedimento A consiste no preparo da amostra por extração seguida pela determinação pelas técnicas de FAAS ou ICP-AES. O procedimento B consiste na determinação direta pela técnica de GFAAS.

5 Precauções de Segurança, Meio Ambiente e Saúde (SMS)

5.1 Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes, materiais e equipamentos, aplicar os procedimentos apropriados de segurança e operação dos equipamentos.

5.2 A PETROBRAS [N-2549](#) contém princípios de segurança, meio ambiente e saúde que devem ser observados no desenvolvimento das atividades de laboratório.

5.3 Todos os procedimentos de manuseio de amostras e reagentes devem ser realizados em capela, e o equipamento deve dispor de um sistema de exaustão apropriado.

5 Amostragem

5.1 O procedimento de amostragem deve seguir a ASTM [D4057](#).

5.2 Utilizar recipientes novos de polietileno linear de alta densidade (PEAD) ou politetrafluoretileno (PTFE), secos e livres de impurezas conforme descrito na ASTM [D4306](#).

NOTA Para recipientes reutilizados, descontaminar com ácido clorídrico ou nítrico 10 %(v/v) e enxaguar com água.

5.3 O recipiente utilizado para amostragem deve ser lavado com o próprio produto a ser analisado. Em seguida, adicionar um volume de amostra, entre 10 % a 20 % da capacidade do recipiente e agitar por 1 min. Descartar. Repetir o procedimento duas vezes, e em seguida, coletar a amostra.

6 Procedimento A - FAAS ou ICP-AES**6.1 Aparelhagem e Materiais**

NOTA 1 Toda a vidraria deve ser de uso exclusivo e descontaminada com ácido nítrico ou clorídrico 10 %(v/v) e a capela não deve ser utilizada simultaneamente com outro ensaio para evitar contaminação.

NOTA 2 Todo o material utilizado deve ser guardado em local livre de poeira ou outros contaminantes.

6.1.1 Agitador magnético.

6.1.2 Anel de cortiça para suporte de funil de separação.

6.1.3 Balão de fundo redondo de 1 000 mL de capacidade (ver Figuras B.1 e B.3).

6.1.4 Balão volumétrico de 25 mL, 100 mL e 1 000 mL.

6.1.5 Balança semi analítica.

6.1.6 Bastão magnético.

6.1.7 Béquer de 250 mL.

6.1.8 Chapa de aquecimento.

6.1.9 Condensador de bolas ou “allihn” (ver Figuras B.1 e B.3).

6.1.10 Espectrômetro de absorção atômica incluindo as lâmpadas de catodo oco de Cu, Fe, Na, Pb e Zn e queimador para chama de ar/acetileno ou espectrômetro de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado.

6.1.11 Frasco de polietileno.

6.1.12 Funil de separação.

6.1.13 Manta de aquecimento com agitação magnética para balão de fundo redondo de 1 000 mL.

6.1.14 Pipetas volumétricas ou micropipetas.

6.1.15 Reservatório para bromo com tampa, graduado com subdivisões de 0,2 mL e com capacidade de 10 mL (ver Figura B.2).

6.1.16 Vidro de relógio.

6.2 Reagentes e Soluções

Todos os reagentes devem ser de grau p.a. equivalente à especificação American Chemical Society (ACS), exceto quando especificado no texto, e qualquer referência à água deve ser entendida como água reagente tipo II, conforme descrito na ASTM [D1193](#).

6.2.1 Ácido clorídrico p.a ou ultrapuro.

6.2.2 Ácido nítrico p.a. ou ultrapuro.

6.2.3 Bromo.

6.2.4 Ciclo-hexeno.

6.2.5 Clorofórmio.

6.2.6 Solução 1:99 de ácido nítrico.

6.2.7 Solução 2 mol/L de ácido clorídrico.

6.2.8 Solução de Bromo 1:1 em Clorofórmio

Misturar 100 g de bromo com 100 g de clorofórmio e armazenar em frasco de vidro escuro, sob refrigeração.

6.2.9 Soluções-padrão de chumbo, cobre, ferro, sódio e zinco de 1 000 mg/L em meio aquoso.

NOTA As soluções padrão de 1 000 mg/L podem ser adquiridas comercialmente.

6.2.10 Soluções-Padrão para Cobre e Zinco de 10 mg/L em Meio Aquoso

Pipetar 1,0 mL de cada solução estoque de 1 000 mg/L para balões volumétricos de 100 mL. Avolumar com solução 1:99 de ácido nítrico e armazenar em frasco de polietileno.

6.2.11 Soluções-Padrão para Chumbo e Ferro de 50 mg/L em Meio Aquoso

Pipetar 5,0 mL de cada solução estoque de 1 000 mg/L para balões volumétricos de 100 mL. Avolumar com solução 1:99 de ácido nítrico e armazenar em frasco de polietileno.

6.2.12 Supressor de Ionização 2 %(m/v) de Césio

Dissolver aproximadamente 25 g de cloreto de césio em água e avolumar para balão volumétrico de 1 L.

6.2.13 Supressor de Ionização 2 %(m/v) de Potássio

Dissolver aproximadamente 38 g de cloreto de potássio em água e avolumar para 1 L.

6.3 Procedimento

6.3.1 Extração dos Metais Cu, Fe, Pb e Zn

6.3.1.1 Montar a aparelhagem conforme as Figuras B.1 ou B.3.