

DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL EM QAV-1

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 segui-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."

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 DA ACIDEZ TOTAL EM QAV-1 (método)

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve a determinação da acidez total em QAV-1 (querosene de aviação) na faixa de 0,000 a 0,100 mg de KOH/g de amostra.

2 NORMAS A CONSULTAR

2.1 Da PETROBRAS

[N-1351](#) - Especificação da Água Reagente

2.2 De ASTM (American Society for Testing and Materials)

ASTM D 664 - Test Method for Neutralization Number by Potentiometric Titration.

3 RESUMO

A amostra é dissolvida em uma mistura de tolueno e álcool isopropílico, contendo uma pequena quantidade de água. A solução resultante é homogeneizada por borbulhamento de nitrogênio e titulada com solução alcoólica padrão de hidróxido de potássio, usando como indicador solução de para-naftol-benzeína até a viragem, da cor laranja (meio ácido), para verde (meio básico) em atmosfera de nitrogênio.

4 APARELHAGEM

4.1 Bureta de 25 ml graduada em subdivisões de 0,1 ml ou bureta de 10 ml graduada em subdivisões de 0,05 ml.

4.2 Erlenmeyer de boca larga capacidade de 500 ml com tubo lateral para entrada de nitrogênio (ver Anexo I).

5 EXECUÇÃO

5.1 Precauções de segurança

Antes de iniciar qualquer manuseio dos reagentes consultar os procedimentos de segurança estabelecidos no Anexo II.

5.2 Materiais, Reagentes e Soluções

Qualquer referência a água se entenderá como água reagente, conforme Norma [N-1351](#), e todos os reagentes mencionados devem ser grau pró-análise.

5.2.1 Solução indicadora de p-naftol-benzeína

5.2.1.1 O afastamento dos parâmetros de especificação do indicador p-naftol-benzeína pode levar a erro no resultado da análise. O Anexo III apresenta a especificação exigida e o método para controle da aceitabilidade do referido indicador.

5.2.1.2 Preparar uma solução contendo 10 g de p-naftol-benzeína por litro de solvente de titulação (item 5.5).

5.2.2 Nitrogênio-seco e livre da CO₂

5.2.3 Solução alcoólica padrão de hidróxido de potássio 0,01 N.

5.2.3.1 Adicionar 0,06 g de KOH - a aproximadamente um litro de álcool isopropílico anidro contendo menos que 0,9 % de água.

5.2.3.2 Ebulir brandamente a mistura por 10 a 15 min., agitando para evitar a formação de depósito no fundo do Erlenmeyer.

5.2.3.3 Adicionar no mínimo 0,2 g de hidróxido de bário e continuar a ebulição por 5 a 10 min.

5.2.3.4 Esfriar a temperatura ambiente, em repouso por várias horas.

5.2.3.5 Filtrar o líquido sobrenadante através da funil de vidro sintetizado ou funil de filtração de porcelana, evitando exposição desnecessária ao dióxido de carbono durante a filtração.

5.2.3.6 Estocar a solução em frasco quimicamente resistente sem contato com rolha da cortiça, borracha ou lubrificante saponificável de torneira. Proteger por tubo contendo cal sodada.

5.2.3.7 Padronização - padronizar freqüentemente para detectar variações do fator de correção, contra ftalado ácido de potássio em cerca de 100 ml de água livre de CO₂, usando fenolftaleína como indicador.

5.2.4 Solvente de titulação

Adicionar 500 ml de tolueno e 5 ml de água a 495 ml de álcool isopropílico anidro.

Nota 1 - Devido ao grande coeficiente relativo de expansão volumétrica dos líquidos orgânicos, tais como o álcool isopropílico, as soluções devem ser padronizada a temperaturas próximas às empregadas na titulação da amostra.

5.3 Procedimento

5.3.1 Tomar a massa de 100 - 5 g da amostra com aproximação de 0,5 g no erlenmeyer de boca larga de 500 ml.

5.3.2 Adicionar 100 ml do solvente da titulação ao Erlenmeyer e 0,1 ml da solução de indicador (Nota 2).

5.3.3 Introduzir nitrogênio através do tubo lateral do Erlenmeyer a uma vazão de 600 a 800 ml/min., borbulhando na solução por 3 minutos com agitação ocasional (Nota 2).

5.3.4 Continuar o borbulhamento de nitrogênio e titular imediatamente a uma temperatura abaixo de 30 °C.

5.3.5 Adicionar pequenas quantidades da solução da hidróxido da potássio 0,01 N, agitando até o aparecimento da cor verde persistente por 15 segundos.

5.3.6 Branco

Proceder a titulação do branco (100 ml do solvente de titulação e 0,01 ml da solução de indicador), de acordo com de itens 6.3 a 6.5.

Nota 2 - Esta operação deve ser efetuada em capela.

6 RESULTADOS

6.1 Cálculos

Calcular a acidez total como segue:

$$\text{Acidez total, mg da KOH/g} = [(A-B) N \times 56,1]/W$$

onde:

A = ml de KOH gastos para titular a amostra

B = ml de KOH gastos para titular o branco

N = normal idade da solução de KOH

W = massa da amostra em gramas

6.2 Expressão dos Resultados

Reportar o resultado com aproximação de 0,001 mg KOH/g como acidez total.

6.3 Precisão

Os seguintes critérios devem ser usados para aceitabilidade dos resultados.

6.3.1 Repetibilidade

A diferença entre dois resultados, obtidos pelo mesmo operador com o mesmo aparelho sob condições constantes de operação deve ser considerada suspeita se diferir ou exceder os valores da Tabela.

6.3.2 Reprodutibilidade

A diferença entre dois resultados únicos e independentes obtidos por diferentes operadores em diferentes laboratórios deve ser considerada suspeita se exceder os valores da Tabela.

Tabela

ACIDEZ TOTAL	REPETIBILIDADE	REPRODUTIBILIDADE
0,001	0,0004	0,0013
0,002	0,0006	0,0018
0,005	0,0009	0,0029
0,010	0,0013	0,0041
0,020	0,0019	0,0057
0,050	0,0030	0,0091
0,100	0,0042	0,0128