

DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM ÓLEO COMBUSTÍVEL

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 DE ALUMÍNIO EM ÓLEO COMBUSTÍVEL (método)

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de alumínio, na faixa de concentração de 3 a 50 mg/L, em óleo combustível, incluindo óleo combustível residual, pela técnica da espectrofotometria de absorção atômica.

2 NORMAS A CONSULTAR

2.1 Da PETROBRAS

N-2293 - Amostragem Manual de Petróleo, seus Derivados e Álcool.

2.2 Da ASTM (American Society for Testing and Materials)

D 1193 - Specification for Reagent Water.

3 RESUMO

Uma massa conhecida da amostra, previamente homogeneizada, é transferida para uma cápsula de platina.

O material combustível é removido pela queima e o carbono é finalmente eliminado por aquecimento em mufla a uma temperatura de $550 \pm 25^\circ\text{C}$. O resíduo é dissolvido com uma mistura de ácidos clorídrico e fluorídrico e uma solução de ácido bórico é adicionado para evitar o ataque do ácido fluorídrico ao vidro. Adiciona-se, finalmente, uma solução de potássio usada como supressor de ionização.

A solução final é aspirada passando pela chama do espectrofotômetro de absorção atômica, e a absorção da linha de ressonância do alumínio é medida e comparada com as obtidas com as soluções padrões de alumínio.

Propriedade da PETROBRAS

Palavras-chave: Alumínio - Óleo
Combustível -
Absorção Atômica.

4 APARELHAGEM

4.1 Cápsula de platina com capacidade entre 50 e 100 mL.

4.2 Pipeta ajustável de 5 mL de capacidade com ponteira plástica.

4.3 Agitador elétrico com haste e hélice.

4.4 Mufla capaz de manter a temperatura em $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$, de preferência possuindo orifícios de modo a permitir uma suave corrente de ar.

4.5 Espectrofotômetro de absorção atômica, incluindo a lâmpada de catodo oco de alumínio e queimador apropriado para a chama de óxido nitroso/acetileno.

4.6 Balões volumétricos de 100 mL.

4.7 Pipetas volumétricas com capacidades de 1, 2, 5, 10, 20 e 25 mL.

4.8 Provetas graduadas com capacidades de 10, 25 e 50 mL.

4.9 Bastão de PTFE.

4.10 Frasco de polietileno com capacidade de 100 mL.

Nota 1: Todo o material de vidro deve ser cuidadosamente limpo para eliminar contaminação. Lavar todo o material de vidro e platina com solução de ácido clorídrico 1:1 a quente e enxaguar, completamente, com água.

5 EXECUÇÃO

5.1 Precauções de Segurança

5.1.1 Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes, materiais e equipamentos, consultar e aplicar os procedimentos apropriados de segurança descrito no Anexo e de operação do equipamento. O manuseio com os ácidos e o tolueno deve ser realizado em capela.

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

5.2 Materiais, Reagentes e Soluções

Todos os reagentes devem ser do grau pró-análise equivalente à especificação ACS. Qualquer referência à água deve ser entendida como água Tipo III conforme ASTM D 1193.

5.2.1 Ácido clorídrico concentrado

5.2.2 Ácido fluorídrico 48%.

5.2.3 Álcool isopropílico (2-propanol).

5.2.4 Tolueno.

5.2.5 Solução de ácido bórico 4%

Dissolver 40g de ácido bórico em cerca de 800 mL de água, com aquecimento, e diluir a 1 L com água.

5.2.6 Solução estoque de alumínio (1000 mg/L)

Dissolver 1,000g de alumínio metálico 99,99% em 20 mL de ácido clorídrico concentrado. Adicionar 0,1g de mercúrio (em forma de sal) para catalisar a reação. Transferir para balão volumétrico de 1000 mL e avolumar com água.

5.2.7 Solução de potássio 10000 mg/L

Dissolver 19,07g de KCL em água e diluir a 1 litro com água.

5.3 Amostragem

Proceder de acordo com a [N-2293](#).

5.4 Procedimento

5.4.1 Preparação dos padrões de alumínio

5.4.1.1 Preparar uma solução-padrão de 100 mg/L de alumínio pela diluição de 10 mL da solução estoque de 1000 mg/L de alumínio, em um balão volumétrico de 100 mL com água.

5.4.1.2 Em seis balões volumétricos de 100 mL, adicionar 10 mL de ácido clorídrico concentrado, 50 mL de solução de ácido bórico e 10 mL de solução de potássio e 2mL de ácido fluorídrico.