

CONTECComissão de Normalização
Técnica**SC-20**Técnica Analítica e
Qualidade de Produtos**Petróleo e Derivados - Determinação de
Metais e Silício pelas Técnicas de AAS e
ICP - AES**

Revalidação

Revalidada em 01/2014.

Petróleo e Derivados - Determinação de Metais e Silício pelas Técnicas de AAS 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 uso interno na PETROBRAS, 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 - 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 descreve o método para determinação de silício (Si), alumínio (Al), ferro (Fe), cobre (Cu), níquel (Ni), vanádio (V), sódio (Na) e zinco (Zn) em petróleo e derivados por espectrofotometria de absorção atômica (AAS) ou espectrometria de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado (ICP-AES), em meio aquoso. Os elementos bário (Ba), molibidênio (Mo), chumbo (Pb), cálcio (Ca), cromo (Cr), magnésio (Mg), potássio (K), antimônio (Sb), titânio (Ti), manganês (Mn), estanho (Sn), estrôncio (Sr) e lítio (Li) também podem ser quantificados por este método.

1.2 O método é aplicável às amostras de petróleo, óleo leve de reciclo, óleo desasfaltado, gasóleo, óleo combustível, óleo lubrificante e resíduos de petróleo.

1.3 O método é aplicável às concentrações acima de 1 mg/kg para todos os elementos por AAS e por ICP-AES.

NOTA Para concentrações abaixo de 1 mg/kg, utilizar o método por ICP-AES.

1.4 Esta Norma não se aplica:

- a) para produtos especificados pela ANP;
- b) para especificação de óleo combustível marítimo ("Bunker"), neste caso seguir a ISO 8217 ou Resolução ANP 52 de 2010;
- c) para determinação de Si na forma volátil.

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

1.6 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 (incluindo emendas).

Resolução ANP 52 de 2010;

PETROBRAS N-2549 - Segurança em Laboratório Químico;

ISO 8217 - Petroleum Products - Fuels (Class F) - Specifications of Marine Fuels;

ASTM D 1193 - Standard Specification for Reagent Water;

ASTM D 5184 - Standard Test Methods for Determination of Aluminium and Silicon in Fuel Oils by Ashing, Fusion, Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, and Atomic Absorption Spectrometry;

ASTM D 5708 - Standard Test Methods for Determination of Nickel, Vanadium, and Iron in Crude Oils and Residual Fuels by Inductively Coupled Plasma (ICP) Atomic Emission Spectrometry;

ASTM D 5863 - Standard Test Methods for Determination for Nickel, Vanadium, Iron, and Sodium in Crude Oils and Residual Fuels by Flame Atomic Absorption Spectrometry;

ASTM [D 7260](#) - Standard Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) for Elemental Analysis of Petroleum Products and Lubricants

3 Termos e Definições

Para os efeitos deste documento aplicam-se os termos e definições das ASTM [D 5184](#), [D 5708](#) e [D 5863](#) e os seguintes.

3.1 AAS

Espectrometria de Absorção Atômica com Chama

3.2 ICP-AES

Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado

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

3.3 padrão de verificação

padrão cujo valor de concentração esteja no meio da curva analítica

4 Resumo

A amostra é incinerada e as cinzas obtidas são mineralizadas. A solução aquosa resultante é analisada pelas técnicas de AAS ou ICP-AES. Se houver necessidade de determinar Si e Al, é efetuada a fusão das cinzas, utilizando-se uma mistura fundente. Os demais elementos podem ser determinados também nesta solução, com exceção dos metais alcalinos em concentrações próximas a 1 mg/kg.

5 Precauções de Segurança

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

6 Aparelhagem e Materiais

6.1 Balões volumétricos de vidro e/ou de polietileno com capacidade de 25 mL, 50 mL, 100 mL e 1 000 mL ou tubos volumétricos de polipropileno com capacidade de 15 mL, 30 mL ou 50 mL.

6.2 Béqueres de politetrafluoretileno.

6.3 Béqueres de vidro termo-resistentes.