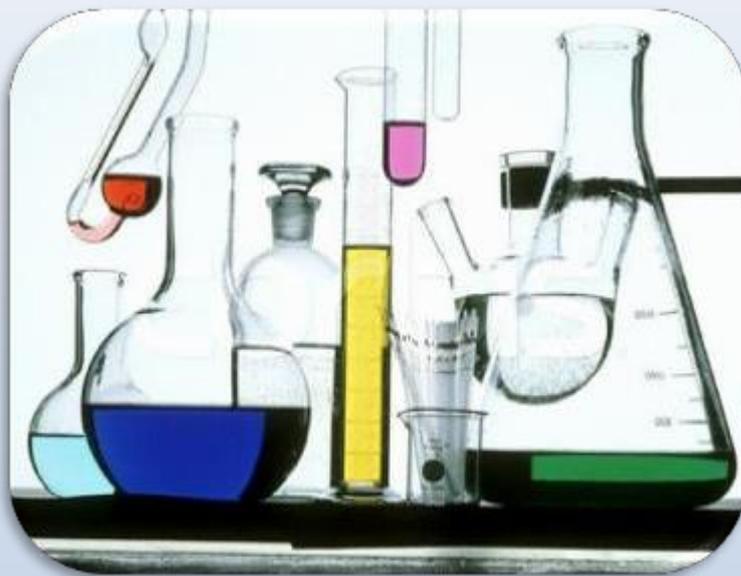


MANUAL DE LABORATÓRIO

Técnicas de Caracterização-



CURSO: QUÍMICA

Autores:

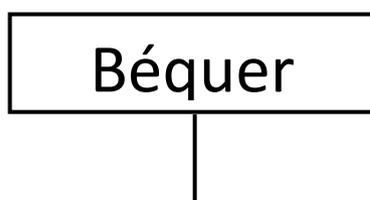
Prof. Luciene
Santos

Versão nº 1, Fevereiro-2018
Natal, RN

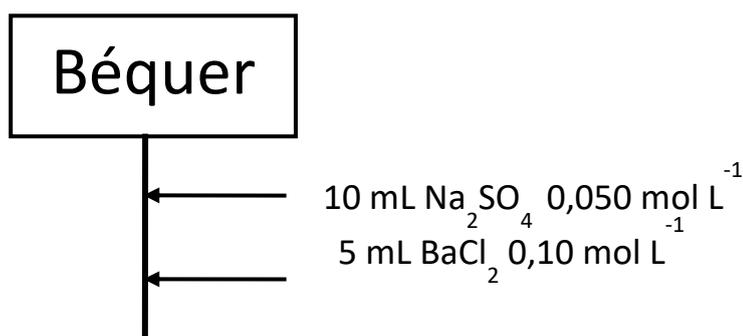
SUMÁRIO

INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO FLUXOGRAMA

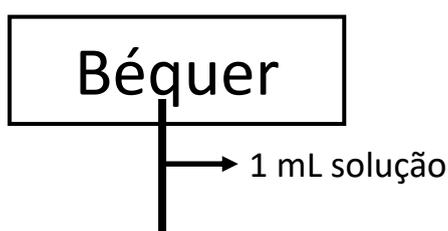
1°. Os equipamentos, vidrarias nas quais serão realizados os procedimentos iniciais são inscritos em um retângulo colocado no início do fluxograma. A partir da base do retângulo traça-se uma linha vertical que chega até a fase operacional seguinte:



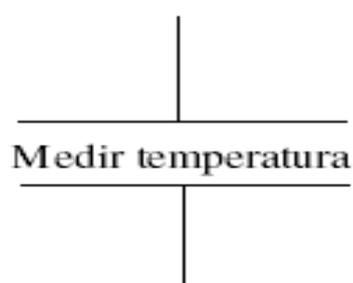
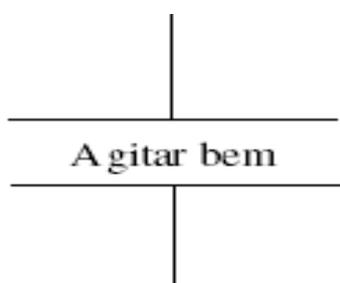
2°. A adição de um reagente aos materiais iniciais é indicada por meio de uma flecha perpendicular à linha vertical que une as duas fases do processo. As substâncias devem ser mencionadas, somente, pela fórmula, seguindo a seguinte sequência: volume – fórmula – concentração.



3°. Indica-se a retirada de uma porção da mistura de reação com uma flecha que parte da linha vertical.



4°. As operações realizadas na mistura de reação que não impliquem em separação de componentes devem ser representadas pela interrupção da linha vertical, por duas linhas horizontais paralelas. A descrição da operação fica compreendida no espaço entre as duas linhas:



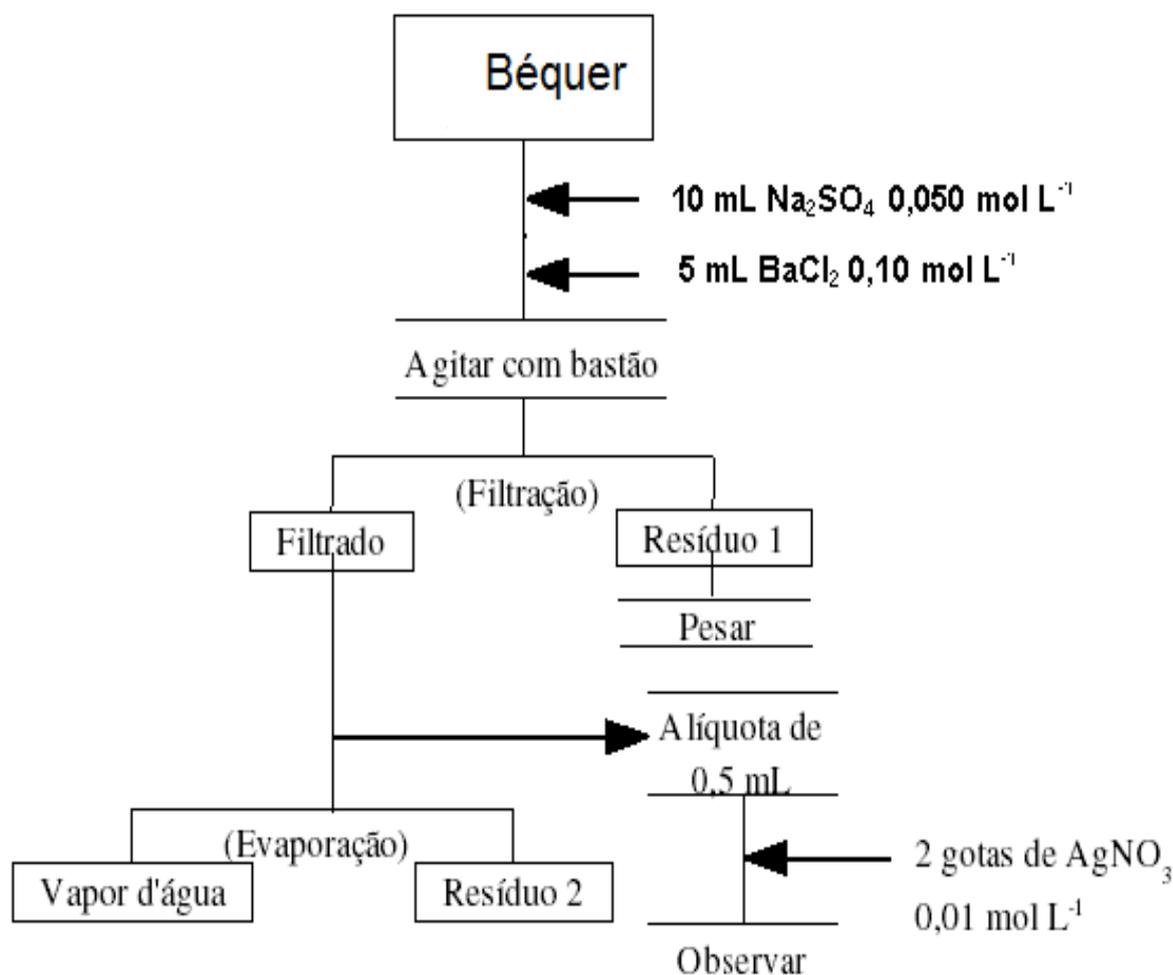
5°. Uma operação que implique na separação dos componentes da mistura é indicada traçando-se uma linha horizontal no fim da linha vertical. O nome da operação é escrito entre parênteses, debaixo da linha horizontal. Os produtos resultantes de uma separação são encerrados em retângulos, os quais são unidos por linhas verticais às extremidades da linha horizontal:



6° Os produtos resultantes de qualquer operação também são fechados em retângulos:



Exemplo de um fluxograma completo:



INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO

1. O que é um relatório?

O relatório de uma atividade prática é uma exposição escrita de um determinado trabalho ou experiência laboratorial. Não é apenas uma descrição do modo de proceder (técnicas, reagentes, material, etc.), pois este conjunto de informações constitui o protocolo. Um relatório é o conjunto da descrição da realização experimental, dos resultados nele obtidos, assim como das idéias associadas, de modo a constituir uma compilação completa e coerente de tudo o que diga respeito a esse trabalho. De alguma forma, elaborar um relatório deve ser visto pelo aluno como uma etapa importante na sua formação acadêmica, para que mais tarde, como profissional, possa ter adquirido e desenvolvido a prática e o raciocínio críticos necessários à elaboração de um artigo científico.

2. Como escrever?

O relatório, como instrumento de trabalho, deve utilizar uma linguagem simples, clara, objetiva e precisa. A clareza do raciocínio, característica do método científico, deve transparecer na forma como o relatório é escrito.

O relatório deve ser conciso e coerente, incluindo a informação indispensável à compreensão do trabalho. A forma pela qual alguma informação pode ser apresentada (tabelas, gráficos, ilustrações), pode contribuir consideravelmente para reduzir a extensão de um relatório.

As frases utilizadas devem ser completas, para que, através da sua leitura seja possível seguir um raciocínio lógico. Em ciência, todas as afirmações devem ser baseadas em provas factuais e não em opiniões não fundamentadas. Fatos especulativos não podem tomar o lugar de outros já demonstrados. De igual modo, o aluno (futuro investigador) deve evitar o excesso de conclusões, sendo estas precisas e sintéticas. As conclusões devem, igualmente, ser coerentes com a discussão dos resultados.

3. Estrutura de um relatório

A divisão metodológica de um relatório em várias seções ajuda a sua organização e escrita por parte dos autores e, de igual modo, permite ao leitor encontrar mais facilmente a informação que procura.

3.1. CAPA (1ª.página) → Título, autor(es) e data

Identificação da faculdade, do departamento do curso de graduação, identificação do trabalho (título centralizado horizontalmente e verticalmente). Identificação dos autores. Cidade, Estado e País, data em que o relatório foi realizado.

Formatação: Papel A4, fonte Arial, tamanho 12, todas maiúsculas centralizadas horizontalmente.

The diagram shows a rectangular frame representing a title page. Inside the frame, the following text is centered and arranged vertically from top to bottom:

- NOME DA UNIVERSIDADE, COM LOGOMARCA
- DEPARTAMENTO
- CURSO DE GRADUAÇÃO

- TÍTULO DO TRABALHO

- NOME DOS AUTORES

- CIDADE, ESTADO, PAÍS
- ANO

3.2. FOLHA DE ROSTO (2ª. página)

Identificação da faculdade, do departamento do curso de graduação, identificação do trabalho (título centralizado horizontalmente e verticalmente). Identificação dos autores. Cidade, Estado e País além de um pequeno texto de encaminhamento contendo o nome do experimento, curso, disciplina, semestre e o nome do professor, data em que o relatório foi realizado.

Formatação: Papel A4, fonte Arial, tamanho 12, maiúsculas e centralizadas, margens superior e inferior = 3 cm. Para o texto recuo em relação à margem direita, fonte 10 Arial com espaçamento simples.

NOME DA UNIVERSIDADE, COM LOGOMARCA
DEPARTAMENTO
CURSO DE GRADUAÇÃO

TÍTULO DO TRABALHO

NOME DOS AUTORES

Relatório referente à prática,
curso.....disciplina..... turma.....
semestre— professor.....

CIDADE, ESTADO, PAÍS
ANO

3.3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA (3ª página em diante)

Descrição de toda teoria necessária ao entendimento da prática e da discussão dos resultados. Particularmente no caso de Química Analítica, a introdução deve conter a teoria do método analítico, das fontes e efeitos dos erros, descrição da amostra. Deve ser uma síntese própria dos vários livros consultados. Evite rodeios. Indicar durante o texto a referência usada. Ex.: ... segundo o modelo atômico de Bohr [1].

3.4. OBJETIVOS

Incluir sumariamente qual ou quais os objetivos do trabalho a realizar.

3.5. MATERIAIS E REAGENTES

Listar todos os materiais (vidrarias e equipamentos) utilizados na prática; listar todos os reagentes utilizados indicando as concentrações e/ou o grau de pureza.

3.6. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Descrição de todo o procedimento experimental realizado (conforme o roteiro da prática ou com as adaptações orientadas pelo professor).

3.7. RESULTADOS

Consiste na apresentação de todos os dados colhidos em laboratório ou dos calculados decorrentes dos dados. Devem ser apresentados na forma de tabelas, gráficos, etc, de modo a comunicar melhor a mensagem.

3.8. DISCUSSÃO

Interpretação dos resultados. Discutir os dados obtidos à luz da teoria exposta na fundamentação teórica e comparar com os dados da literatura. Analisar as fontes de erros, a exatidão e precisão da análise e, sempre que possível, comparar com a literatura ou com informações sobre a amostra.

A discussão deve comparar os resultados obtidos face ao objetivo pretendido. Não se devem tirar hipóteses especulativas que não possam ser fundamentadas nos resultados obtidos. A discussão constitui uma das partes mais importantes do relatório, uma vez que é nela que os autores evidenciam todos os conhecimentos adquiridos, através da profundidade com que discutem os resultados obtidos.

OBS₁: A discussão é a parte do relatório que exige maior maturidade do aluno.

3.9. CONCLUSÕES

Esta parte do relatório deve sumarizar as principais conclusões obtidas no decurso do trabalho realizado. Faça uma síntese pessoal sobre as conclusões alcançadas com o seu trabalho. Enumere os resultados mais significativos do trabalho.

OBS₂: Não deve apresentar nenhuma conclusão que não seja fruto da discussão.

3.10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS (Página posterior à da conclusão)

A bibliografia deve figurar no fim do relatório. Nela devem ser apresentadas todas as referências mencionados no texto, que podem ser livros (ou capítulos de livros), artigos científicos, CD-ROM e web sites consultados.

INSTRUÇÕES PARA FAZER CORRETAMENTE UMA REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA. (Material pesquisado do livro *Metodologia Científica – Ênfase em pesquisa Tecnológica*, do Professor Carlos Fernando Jung, M.Eng. – Disponível na Web gratuitamente em: <http://www.jung.pro.br>)

Segundo o autor, as referências devem obedecer aos padrões abaixo, de acordo com o tipo de material pesquisado:

- **Livros – Um autor**

COBRA, Marcos. *Marketing essencial: Conceitos, estratégias, controle*. São Paulo: Atlas, 1998. 502 p.

- **Livros – Dois autores**

CERVO, A. L.; BERVIAN, P. A. *Metodologia científica*; para uso dos estudantes universitários. 2. ed. São Paulo: McGraw-Hill do Brasil, 1978. 144 p.

- **Livros – Três autores**

BOBBIO, N.; MATTEUCCI, N.; PASQUINO, G. *Dicionário de política*. 4. ed. Brasília: EDUnB, 1992. 530 p.

- **Livros – Quatro ou mais autores**

FRANÇA, J. L. et al. *Manual para normalização de publicações técnico-científicas*. 3. ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 1996. 191 p.

- **Livros – Organizador, coordenador etc...**

BECKER, Dinizar Fermiano (Org.). *Desenvolvimento Sustentável: necessidade e/ou possibilidade ?* Santa Cruz do Sul: EDUNISC, 1997. 238 p.

- **Livros – Traduções**

SAINT-EXUPÉRY, Antoine de. *Terra dos homens*. Tradução de Rubem Braga. 17. ed. Rio de Janeiro: José Olympio, 1973. 155 p.

- **Livros – Especificação de volume**

FUSER, Igor (Org.) *A arte de reportagem*. São Paulo: Scritta, 1996. 652 p., v. 1.

- **Periódicos**

FOLHA ON LINE. São Paulo. Diário. Disponível em: <<http://www.uol.com.br/folha>>. Acesso em: 27 ago. 2001.

REVISTA DO SUPERIOR TRIBUNAL DE JUSTIÇA. Brasília: Brasília Jurídica, 1997 – Mensal. CD-ROM. Ementário da jurisprudência do STJ.

SIGNO, Santa Cruz do Sul: Editora da UNISC, 1975-. Semestral. ISSN 0101-1812

- **Dissertações, teses**

JUNG, Carlos Fernando. *Desenvolvimento de produto eletrônico: uma metodologia projetual aplicada*. 2001. 245 f. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria. 2001.

- **Atlas**

ATLAS Mirador Internacional. Rio de Janeiro: Enciclopédia Britânica do Brasil, 1981.

Congressos, conferências e eventos científicos

SIMPÓSIO DE COMPUTADORES TOLERANTES A FALHAS, 6, 1995, Canela. Anais... Canela: Instituto de Informática da UFRGS, 1995, 481 p.

- **Folhetos**

INSTITUTO DE ECONOMIA INDUSTRIAL – UFRJ. Trabalho e produção social. Rio de Janeiro, 1995. 46 p.

- **Patentes**

PRODUTO ERLAN LTDA (Uberlândia – MG). Paulo César da Fonseca. Ornamentação aplicada a embalagem. C.I.10-3-6. BR n. DI 2300045. 12 set. 1983, 28 maio 1995.

- **Acórdãos**

BRASIL. Supremo Tribunal Federal. Deferimento de pedido de extradição. Extradição n. 410. Estados Unidos da América e José Fernandes: relator. Ministro Rafael Mayer, 21 de março de 1984. Revista Trimestral de Jurisprudência. Brasília, v. 109, p. 870-879, set. 1984.

- **Legislação (leis, decretos, portarias, códigos)**

BRASIL, Constituição (1988). *Constituição da República Federativa do Brasil*. Brasília, DF: Senado Federal, 1988. 292 p.

- **Imagem em Movimento (filmes, fitas de vídeo, DVD)**

LÉVY, Pierre. *Inteligência coletiva e a construção de uma nova sociedade*. Coleta de imagens

setor de Áudio e Vídeo da UNISC. Santa Cruz do Sul: UNISC, maio 2000. 1 fita de vídeo (137 min), VHS, son., color.

- **Documentos sonoros (entrevistas, discursos)**

REIGOTA, Marcos. *A militância ecológica*. Entrevistadora: Clarice Agnes, 1999. 1 fita cassete (15 min), 3 ¾ pps., mono. Entrevista concedida à Editora da UNISC.

- **Correspondência (cartas, bilhetes, telegramas)**

TEIXEIRA, José Carlos. [Carta] 08 jun. 1998, Santa Cruz do Sul [para] Ana Carolina Medeiros, Por Alegre. 3 p. Solicita documento do Arquivo Histórico do Município de Porto Alegre.

- **Livro em CD-ROM**

GAARDER, Jostein. *O mundo de Sofia*. São Paulo: Cia das Letras/Melhoramentos, 1998. CD-ROM. Produzido por Sonopress.

- **Enciclopédia em CD-ROM**

NOVA BARSA CD. São Paulo: Enciclopédia Britânica Publicações, 1998. CD-ROM. Produzido por Sonopress.

- **Normas técnicas**

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6023: informação e documentação – referências – elaboração. Rio de Janeiro, 2000. 22 p.

- **Periódicos (fascículos)**

REVISTA BRASILEIRA DE CLÍNICA & TERAPÊUTICA = BRAZILIAN JOURNAL OF CLINIC & TERAPEUTICS. São Paulo: Moreira Jr., v. 27, n. 2, mar. 2001. 51 p.

- **Periódicos (números especiais e suplementos)**

WEIMER, Günter. A arquitetura da imaginação renana no Rio Grande do Sul. *Redes* – Revista do Mestrado em Desenvolvimento Regional – UNISC. Estudos sobre a imigração alemã. Santa Cruz do Sul: Editora da UNISC, v. 6, p. 7-23, maio 2001. 177 p. Número especial.

- **Periódicos (separatas de publicações periódicas)**

SAUL, Renato Paulo. A sociologia no vórtice da globalização. Separata de: *Barbarói* – Revista do Departamento de Ciências Humanas e do Departamento de Psicologia. Santa Cruz do Sul, n. 7, p. 7-22, set. 1997

- **Periódicos (artigos de publicações periódicas) → Com autor identificado**

STRECK, Lênio Luiz. Direito penal, criminologia e paradigma dogmático: um debate necessário. *Revista do Direito* – Departamento de Direito da UNISC, Santa Cruz do Sul, n. 4, p. 71-89, dez. 1995.

- **Periódicos (artigos de publicações periódicas) → Sem autor identificado**

COMPUTADOR facilita dia a dia dos designers. *Design gráfico*, São Paulo, v. 4, n. 25, p. 28-31, 1999.

- **Artigo de jornal**

AZEVEDO, Dermi. Sarney convida igrejas cristãs para diálogo sobre o pacto. *Folha de São Paulo*, São Paulo, 22 out. 1985. Caderno de Economia, p. 13

- **E-mail**

SISTEMAS E TECNOLOGIAS. *Solicitação de catálogos, lista de preços e outros materiais* [Mensagem institucional]. Mensagem recebida por <editora@unisc.br> em 16 jun. 1999.

- **Home Page institucional**

FACCAT. Desenvolvido pelas Faculdades de Taquara. 1999-2001. Apresenta informações gerais sobre a instituição. Disponível em: <<http://www.faccat.br>>. Acesso em 10 ago. 2001

- **Banco de dados**

CENSO demográfico 2000. Banco de dados agregados do IBGE. Disponível em: <<http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/e2000/default.asp>> Acesso em: 24 ago. 2001.

- **Programa (software)**

SPHINX: sistemas de concepção de pesquisas e de análise estatística de dados quantitativos e qualitativos. Canos: Freitas & Cunha Consultores Ltda. [2000?] 1 CD-ROM. Windows.

- **Software Educativo CD-ROM**

TABUADA. Tirando os números de letra. Curitiba: Positivo, [1999?]. 1 CD-ROM. Windows 3.11

- **Observações importantes**

Não sendo possível determinar o local, indica-se entre colchetes [S.I.] (Sine loco). No caso de homônimos de cidades, acrescenta-se o nome do estado ou do país.

Quando o editor não é mencionado, pode-se indicar o impressor. Na falta do editor e impressor, indica-se, entre colchetes [s.n.] (sine nomine).

Quando o local e o editor não aparecem na publicação, indica-se entre colchetes [S.I.:s.n.]

Na falta de indicação do ano de publicação coloca-se entre colchetes uma data aproximada [1965?]; data certa não indicada no ítem [2000]; década provável [197?]

3.11. ANEXOS

Figuras, fotografias etc.

INSTRUÇÕES PARA FORMATAÇÃO DO RELATÓRIO

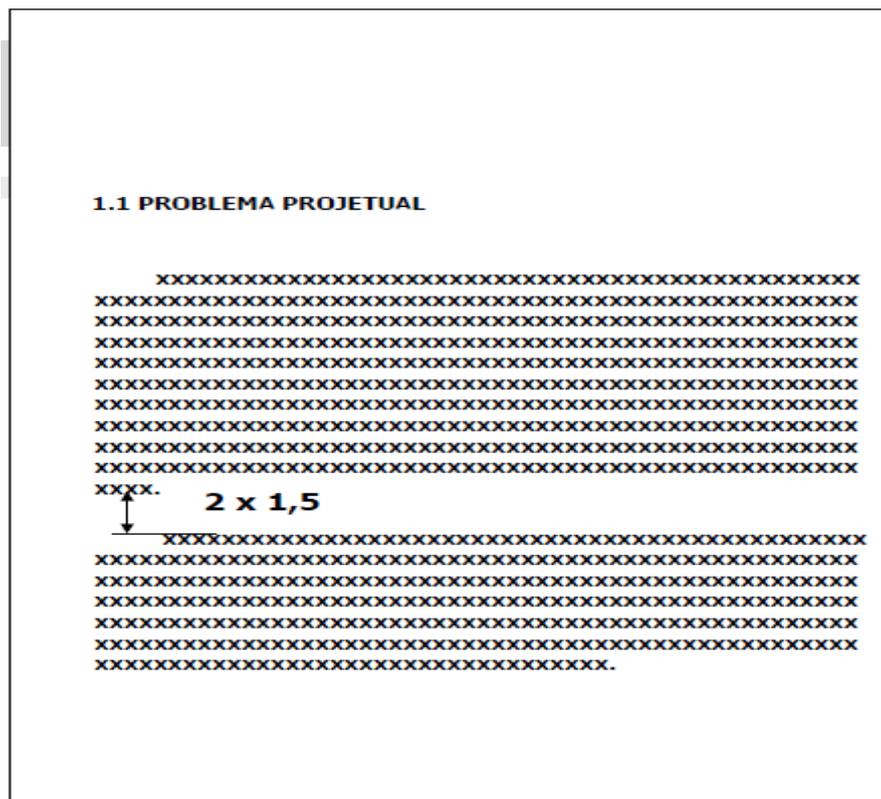
A formatação do RELATÓRIO deve obedecer aos parâmetros abaixo:

- **PAGINAÇÃO:** (Para utilização do editor de texto Word 2000 Microsoft, seguir as etapas de formatação (Fonte de cor branca)
 - **Folha = A4 (Papel = 90 g/cm²)** (Arquivo / Configurar Página)
 - **Espaçamento entre linhas = 1,5** (Formatar / Parágrafo / Entre Linhas)
 - **Fonte texto = Arial 12** (Formatar / Fonte = Estilo da Fonte, Tamanho)
 - **Fonte nota rodapé e citações longas = Arial 10**
- **Margens:** (Arquivo / Configurar Página / Margens)
 - Esquerda = 4 cm, Direita = 2 cm, Superior = 3 cm, Inferior = 3 cm
 - **Recuo (Parágrafo) = 1 cm (NBR 12256)**
 - (Formatar / Parágrafo / Especial = Primeira Linha) / Por = 1 cm)
 - **Alinhamento = Justificado**

- **DIGITAÇÃO:**

A digitação deve iniciar a 8 centímetros da borda superior da folha nas páginas em que se iniciam e o alinhamento centralizado:

A digitação entre parágrafos deve respeitar a distância de dois espaços 1,5.



4. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5. BIBLIOGRAFIA

- E. Giesbrecht et al.; Experiências de Química: técnicas e conceitos básico; Ed. Moderna; São Paulo, 1982; p 46.
- J.B. Russel; Química Geral; McGraw-Hill; São Paulo, 1981.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS

ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:
DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

INTRODUÇÃO

A densidade (ou massa específica) é a relação entre a massa de um material e o volume por ele ocupado. O cálculo da densidade é feito de acordo com a equação 1:

$$\text{densidade} = \frac{\text{massa}}{\text{volume}} \rightarrow \frac{m}{V}$$

Equação 1 - Densidade

A densidade nos auxilia na caracterização de uma substância. A densidade dos sólidos e líquidos é expressa em gramas por centímetro cúbico (g/cm³). Ela depende da temperatura, pois os materiais sofrem contração ou dilatação de seu volume com variações de temperatura.

Na Indústria do Petróleo, é utilizado o °API, uma escala arbitrária que mede a densidade do petróleo e derivados de acordo com a Equação 2:

$$^{\circ}\text{API} = \frac{141,5}{SG} - 131,5$$

Equação 2 - °API

O °API classifica o petróleo em leve, médio ou pesado. Quanto maior for o °API de uma amostra, mais leve será esse óleo. Esta análise físico-química é aplicada ao petróleo de acordo com a norma ASTM D7777.

O objetivo deste experimento é compreender a metodologia utilizada para medir a densidade através de um equipamento automático e a importância dessa propriedade físico-química.



Figura 3 – Densímetro DA-130 KYOTO ELECTRONICS

MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- ✓ Equipamento KYOTO ELECTRONICS modelo “DA-130” para medição da densidade.
- ✓ Béckers
- ✓ Seringas
- ✓ Capela
- ✓ Jaleco
- ✓ Sapato fechado
- ✓ Óculos
- ✓ Luvas

REAGENTES

- ✓ Tolueno
- ✓ Acetona
- ✓ Amostra de óleo

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Preparação para medição

1. Conectar o bico de amostragem.
2. Instalar o bico de amostragem.

3. Apertar o bico de amostragem junto com o lavador na junção até que você sinta que está suficientemente firme. Utilizar somente as mãos para evitar danos à rosca.

Amostras pouco viscosas

1. Certificar-se de que a alavanca de amostragem está abaixada até o fundo.
2. Caso não, vagorosamente abaixá-la com o seu polegar.
3. Mergulhar o bico de amostragem no líquido do teste.
4. Empurrar, vagorosamente, a alavanca de amostragem com o dedo indicador.
5. Se estiver no modo “Stability: Auto” com o ícone no visor, pressionar [ok/meas.] para iniciar a medição.

ADVERTÊNCIA: *Após a célula ter sido preenchida com o líquido da amostra, certificar-se de que não há bolhas de ar no interior da célula. Mesmo uma bolha pequena pode causar uma leitura instável da medida.*

Amostras Viscosas

1. Abaixar completamente a alavanca de amostragem.
2. Empurrar a trava da alavanca para succionar o líquido e travar.
3. Remover a cobertura com uma moeda. Não perca a cobertura.
4. Após a instalação do “grommet” (561-0005), apertar o adaptador para seringa (#581- 0057)
5. Manter a ponta do bico de amostragem mergulhada no frasco de descarte.
6. Descartar o líquido da amostra dentro da célula usando a seringa.
7. Quando a célula estiver preenchida com a amostra, deixar a seringa como está.
8. Caso o modo selecionado seja “Stability: Auto” com o ícone aparecendo no visor, pressionar [ok/meas.] para iniciar a medição.

ADVERTÊNCIA: *Se você sentir dificuldade em descartar o líquido da amostra com a seringa, pare de empurrar. Cheque se não há sólidos obstruindo. Caso uma força extra*

seja utilizada na seringa, a amostra pode espirrar para fora danificando a parte da conexão da unidade, podendo quebrar a célula.

Limpeza

1. Limpar completamente a célula com tolueno.
2. Limpar com acetona.
3. Passar ar pressurizado para secar a amostra.

Referências Bibliográficas

ASTM D7777. **Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Liquid Petroleum by Portable Digital Density Meter.** Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2013.

RIAZI, M.R. **Charcterization and properties of petroleum fractions.** 1. ed. Philadelphia: ASTM manual series: MNL50, 2005.429p. Disponível em:

<[http://www.alidasmeh.com/resources/files/Characterization%20and%20Properties%20of%20Petroleum%20Fractions\(1\).pdf](http://www.alidasmeh.com/resources/files/Characterization%20and%20Properties%20of%20Petroleum%20Fractions(1).pdf)>.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do Ponto de Fulgor de petróleo e derivados.

Introdução

O ponto de fulgor ou *flash point* é a menor temperatura na qual líquidos inflamáveis começam a desprender gases e vapores inflamáveis que entram em combustão quando em contato com uma fonte de calor, porém, uma vez removida a fonte de calor, as chamas não se mantêm devido a insuficiência de gases e vapores desprendidos. Este parâmetro é um fator preponderante na segurança de combustíveis no que diz respeito ao manuseio, transporte e armazenamento de combustíveis derivados do petróleo.

O teste do Ponto de Fulgor pode ser realizado através de 5 métodos diferentes, os quais são: Pensky- Martens, ABEL, TAG, Cleveland e Small Scale (Pequenas Escalas). O método Pensky-Martens cobre a determinação de ponto de fulgor, em vaso fechado, de combustíveis, suspensão de sólidos e líquidos que tendem a formar filme na superfície sob as condições do teste. O método Abel Por Vaso Fechado determina o ponto de fulgor em líquidos com ponto de fulgor entre -30 e +71°C. O método TAG cobre a determinação de Ponto de Fulgor, em vaso fechado a baixas temperaturas, de amostras leves como QAV, gasolinas e solventes. O método Cleveland cobre a determinação de ponto de fulgor e combustão, em vaso aberto, de produtos de petróleo acima de 79°C. O método Small Scale de vaso fechado abrange os procedimentos para testes de ponto de fulgor, dentro da faixa de - 30 à +300 °C, de derivados de petróleo e biodiesel, usando uma pequena escala, em torno de 2 à 4 mL de amostra. O equipamento do Ponto de Fulgor que será utilizado durante a análise será o SETA MULTIFLASH (Automático). O método de análise adotado pelo equipamento é o Pensky-Martens. Este teste do ponto de fulgor segue as especificações da norma ASTM D93, o qual realizada pelos seguintes métodos: O método A é aplicável a combustíveis destilados (diesel, querosene, óleo de aquecimento, combustíveis de turbina), óleos lubrificantes recém-adquiridos, e outros líquidos translúcidos. O método B é aplicável a óleos combustíveis residuais, óleos lubrificantes usados, amostras de petróleo contendo sólidos, amostras de petróleo que tendem a formar uma película de superfície sob condições de teste, e amostras de petróleo que tal viscosidade cinemática não permaneça uniformemente aquecida sob as condições de agitação e aquecimento do processo A.

A amostra a ser analisada não deve conter umidade para evitar um curto no ignitor elétrico, o que causaria a quebra do equipamento. Com isso, a amostra deve ser tratada previamente com um sal, como o cloreto de cálcio, para remover a água presente. Em seguida, é necessário fazer uma filtração simples para remoção dos sólidos (cloreto de cálcio) e assim deixar a amostra pronta para análise.

Objetivo

Determinar o ponto de fulgor de uma amostra de diesel comercial e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Ponto de fulgor Pensky-Martens automático SETA MULTIFLASH;
- ✓ Becker; EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas); Capela de exaustão.



Pensky-Martens Automático SETA MULTIFLASH

(Fonte: <http://www.stanhope-seta.co.uk/3191/Seta-Multiflash-Pensky-Martens-Flash-Point-Module>).

Reagentes

- ✓ Amostra para determinação do ponto de fulgor (diesel);

Procedimento Experimental

- Com o equipamento desligado, deve-se levantar cuidadosamente a cabeça do equipamento;
- Retirar a tampa e o recipiente, respectivamente. Colocar a tampa no suporte apropriado;
- Encher o recipiente com a amostra até a marcação;
- Em seguida, conectar o recipiente no aparelho de modo que fique devidamente encaixado nos pinos. Posteriormente conectar a tampa de maneira que esteja também encaixada nos pinos;
- Abaixar a cabeça de tal modo que barra de metal na região inferior da cabeça fique entre os dois pinos;

- Ligar o equipamento;
- Clicar em “2Run Test”;
- Nomear a amostra;
- Programar a temperatura esperada em “Expect Flash”;
- Selecionar o tipo de Processo;
- Clicar em “2Run Test”, “Next” e “Next”. Aguardar o término da análise.

Questionário

- Qual a importância de obter o ponto de fulgor do óleo diesel?
- Quais os possíveis fatores que poderiam causar erros na leitura do equipamento?
- Cite quais os métodos usados para determinação do ponto de fulgor segundo a ASTM D93 e explique os mesmos.

Referências Bibliográficas

ASTM D 3828. **Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester.**

Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2012a.

ASTM D 92. **Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester.**

Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2012b.

ASTM D 93. **Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester.**

Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2002a.

ASTM D 56. **Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester.** Washington, DC:

American Society for Testing and Materials, 2010.

International Organization for Standardization (2013), “**Determination of Flash Point by Closed-Cup Method – ISO 13736**”.

<http://www.stanhope-seta.co.uk/3191/Seta-Multiflash-Pensky-Martens-Flash-Point-Module>.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação da pressão de vapor de óleo cru e derivados

Introdução

Pressão de vapor é a [pressão](#) exercida por um [vapor](#) quando este está em equilíbrio dinâmico com o líquido que lhe deu origem, ou seja, a quantidade de líquido (solução) que evapora é a mesma que se condensa. A pressão de vapor é uma medida da tendência de evaporação de um líquido. Quanto maior for a sua pressão de vapor, mais [volátil](#) será o líquido, e menor será sua temperatura de ebulição relativamente a outros líquidos com menor pressão de vapor à mesma temperatura de referência. Pressão de vapor de óleo cru e derivados (gasolina, diesel, entre outros) é uma importante propriedade física para transporte e armazenamento.

O Minivap VPXpert opera de acordo com as seguintes normas: ASTM D5191 (Pressão de Vapor a seco equivalente); ASTM D6378 (Pressão de Vapor de Gasolinas e Naftas); ASTM D6377 (Pressão de Vapor de Óleo Cru – metodologia oficial); EN 13016 – 1 (Pressão de Vapor sob ar saturado); EN 13016 – 2 (Pressão de Vapor absoluta); IP 394 & 409 & 481. O Minivap VPXpert possui ainda comprovada correlação com as seguintes normas: ASTM D323 (wet reid), ASTM D4953 (dry reid), ASTM D5188 (v/l-ratio) ASTM D5190 ASTM D5482 (mini-method, atmospheric).

Objetivos

Determinar a pressão de vapor de uma amostra de petróleo (óleo cru) ou derivado com auxílio do Minivap VPXpert e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Mini Analisador de Pressão de Vapor – Minivap VPXpert;
- ✓ Cilindro de Amostragem – FPC250;
- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas);
- ✓ Capela de exaustão.



Mini analisador de pressão de vapor – Minivap VPXperte. A esquerda analisador para óleo cru e a direita analisador para derivados de petróleo. (Fonte: <http://www.google.com.br>).

Reagentes

- ✓ Tolueno (limpeza); Etanol ou acetona (secagem); 2,2-Dimetilbutano (padrão).

Procedimento experimental

Amostragem do petróleo

OBS: Sempre que pegar a bomba despressurizar a válvula de entrada do ar e óleo, antes de realizar qualquer procedimento.

- Inicialmente abra a válvula de saída de óleo para despressurizar o cilindro, feche a saída. Desenrosque e abra a cabeça de entrada/saída do cilindro.
- O pistão deverá estar na posição, onde o agitador estará encaixado.
- Abra a válvula de ar, e com o agitador encaixado no pistão, destrave o eixo do agitador, puxe o pistão para aproximadamente $\frac{1}{2}$ do volume total do cilindro. Ao finalizar fechar a válvula de saída de ar.
- Com o pistão na posição indicada. Encha o cilindro com óleo até o 1 cm do início da parte rosqueada do cilindro.
- Com a válvula de entrada e/ou saída aberta, rosqueie a cabeça de entrada/saída novamente no cilindro. Nunca utilize ferramentas para fechar o cilindro, faça sempre manualmente. Em seguida, com o pistão na posição destravada e a válvula de saída óleo fechada, homogeneíze a amostra.
- Após homogeneizar certifique-se de que não há ar entre o pistão e a saída da amostra, apenas amostra. Ponha o cilindro com o manômetro virado para baixo e com a saída aberta, encaixe o agitador dentro do pistão e empurre o pistão contra a

saída até que seja possível observar o óleo saindo. Assim entre o pistão e a saída só haverá amostra, feche então a saída.

- Certifique-se que no cilindro de ar sintético há carga suficiente. Com a válvula de saída de ar fechada, conecte a bomba o engate rápido que está conectado ao cilindro fechado, e ajuste a saída no manômetro do cilindro para 3 bar, abra a válvula de saída de ar, espere estabilizar a pressão, feche a saída de ar. Assegure que a entrada e saída do cilindro estejam fechadas. Desconecte o engate rápido da bomba.
- Conecte a bomba ao equipamento através da mangueira com engate rápido e abra a válvula de saída. Antes de conectar a bomba, o equipamento já deve estar ligado (ver procedimento abaixo).
- Ponha o cilindro ao lado do equipamento e pressione a tecla RUN no equipamento. O equipamento admitirá uma quantidade de amostra para realização do *Rinse* (ambientação da câmara com amostra) e subsequentemente 1 mL de amostra para análise.

OBS: Antes de desengatar a mangueira do cilindro verificar se todas as válvulas estão fechadas. Despressurizar a saída de ar, e com um pano despressurizar a saída de óleo. Abrir a tampa, descartar o óleo e limpar o tubo.

Ligar o equipamento.

- Inicialmente liga o equipamento.
- No display selecione por meio das setas e leve o cursor ao botão Measure, e teclie no botão *enter*, aparecerá um novo display com as normas a serem seguidas para realização, no caso da gasolina, selecione a opção ASTM com teclando na seta da direita, para o petróleo selecione ASTM D-6377, e teclie em *enter*. Em seguida aparecerá uma nova tela, e para iniciar a análise teclie o botão RUN. Ele admitirá a amostra e iniciará o teste.
- No caso dos derivados segue o mesmo procedimento de funcionamento do equipamento, o que mudará é forma como a amostra será admitida pelo equipamento. Para ops derivados a amostra é colocada em um frasco âmbar de 1L, e um capilar de plástico que fica na lateral do equipamento é introduzido no líquido, e depois se realiza o procedimento de seleção do método e iniciação do teste, onde o equipamento irá sugar a amostra através do tubo capilar, a ASTM utilizada é a D 5191, ASTM D 6378 é usada para gasolina ou a D 5191 que faz uma correlação com a D 6378.
- No caso dos derivados depois de ser selecionado o método, deverá ser alterado a opção preparação, com as setas, leve o cursor até o nome preparação e com as teclas mais e menos selecione, com ou sem preparação, e depois teclie RUN para começar a medida. O modo sem preparação deve ser utilizado quando não se realizou um processo adequado de amostragem.

Limpeza

➤ Equipamento

Feche a válvula de saída do cilindro, desconecte o engate rápido do cilindro e ponha dentro de um béquer de 50 mL com 40 mL de tolueno. Pressione a tecla *Rinse* no equipamento e ele succionará o reagente para realização da limpeza da câmara, realize esse procedimento mais três vezes.

➤ Cilindro

Antes de desmontar o cilindro assegure-se de abrir a válvula de pressão de retorno. Desmonte a cabeça de entrada/saída, verta a amostra restante para o descarte e limpe o cilindro com querosene, tolueno, xileno, ou outro solvente orgânico, passar 40 mL 2x, e então secar com álcool isopropílico ou etanol e papel toalha.

Questionário?

- (a) Qual a importância de determinar a pressão de vapor em amostras de petróleo e derivados?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Como podemos determinar a Massa Molar de um óleo cru, a partir da pressão de vapor?

Referências Bibliográficas

RIAZI, M. R. **Characterization and Properties of Petroleum Fractions**. First Edition, Professor of Chemical Engineering, Kuwait University.

FAHIM, M. A; AL-SAHHAF, A. **Introdução ao Refino de Petróleo**. Série Engenharia de Petróleo. Editora elsevier. <http://www.grabner-instruments.com/index.aspx>

<http://www.icr3.com.br/>

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do ponto de fluidez em petróleo e derivados

Introdução

O ponto de fluidez é definido como a menor temperatura, expressa em múltiplos de 3 °C, na qual a amostra ainda flui quando sujeita a resfriamento sob condições determinadas. É uma característica de grande importância prática e que geralmente está presente nas especificações de produtos derivados de petróleo (comumente em óleos lubrificantes e produtos petroquímicos).

O mesmo tem influência sobre a temperatura limite de bombeamento, em outras palavras visa determinar a menor temperatura que um líquido de petróleo ou derivado pode atingir para utilização onde haja seu deslocamento físico. Ele se constitui em um indicativo da parafinidade de substâncias, pois, maiores teores de parafínicos conduzem a maiores valores de ponto de fluidez. Esta é uma consideração útil no transporte de combustíveis por dutos.

A técnica em si consiste no resfriamento controlado da amostra, após um aquecimento preliminar (45 °C segundo a norma ASTM D97), e observação da mesma em intervalos de 3°C para avaliar o escoamento (é feita inclinação a 90° da amostra que esta contida no interior do equipamento). O equipamento emite um feixe de luz através da cabeça de medição sobre a amostra, e quando a mesma esta fluida o feixe incidente não retorna (se espalha), porém se a amostra contida no frasco após 5 segundos não sofrer movimentação (inclinação), o equipamento encerra a análise e emite sinal sonoro informando o ponto de fluidez (o feixe incidente retorna ao sensor também contido na cabeça de medição).

O equipamento CPP 5Gs é capaz de realizar além de determinação do ponto de fluidez, também determinar o ponto de névoa, bastando apenas a troca da cabeça de medição e do frasco para amostra. As normas utilizadas para determinação do ponto de fluidez são: ISO 3016:1994 (produtos petrolíferos – determinação do ponto de fluidez), e, sobretudo, a norma ASTM D 97 (método de teste padrão para ponto de fluidez de produtos de petróleo).

Normalmente para procedimento de análise, a amostra deve estar à temperatura ambiente, uma vez que seguindo a norma, esta exige o aquecimento da mesma até 45 °C para só então resfriá-la no decorrer da análise, sendo assim trabalhar com amostra resfriada tardaria o passo inicial. De forma contrária, caso a amostra tenha problemas na etapa de transferência para o frasco para acondicionar a amostra devido a alta viscosidade, pode-se realizar um aquecimento através de um banho-maria para tornar a amostra fluida o suficiente.

Objetivos

Determinar o do ponto de fluidez de uma amostra de petróleo ou derivado e compreender a importância desta análise.

Materiais e equipamentos

- ✓ Ponto de Fluidez – CPP 5Gs;
- ✓ Frasco para acondicionar amostra;
- ✓ Cabeça de medição;
- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas);



CPP 5Gs – Ponto de Fluidez e Névoa.

(Fonte: <http://www.pensalab.com.br/Laboratorio/CPP-5Gs-Ponto-de-Fluidez-e-Nevoa/flypage.tpl.html>).

Reagentes

- ✓ Amostra (petróleo ou derivados); N-heptano (limpeza); Acetona (secagem).

Procedimento Experimental

- Inicialmente deve-se escolher a cabeça de medição e o frasco correto para o teste de fluidez;

- Depois despeja-se a amostra no recipiente próprio (frasco) do CPP 5Gs até a marca já padronizada. Normalmente a amostra deve estar à temperatura ambiente para realização da análise, porém caso exista dificuldade na transferência da amostra pode-se aquecer a mesma em banho-maria até que esteja suficientemente fluida para transferência;
- *OBS.: Para amostra a temperatura ambiente preenche-se o frasco com amostra até o menisco inferior, do contrário caso a mesma esteja aquecida preenche-se o recipiente até o menisco superior.*
- Coloca-se o frasco com a amostra na parte de cima do equipamento para o encaixe da cortiça (anel suporte), onde a mesma tem a função de impedir que a amostra entre em contato com as paredes internas do equipamento;
- Leva-se o frasco com amostra e cortiça para o espaço interno (*jacket*) do equipamento;
- Em seguida liga-se a chave principal na lateral do equipamento;
- Inserir-se a tampa no frasco e com movimento de rosca esta é presa;
- Nomea-se a amostra de teste e indica-se o ponto de fluidez esperado;
- E por fim, pressiona-se *START* e o teste é iniciado. A amostra é aquecida até 45°C. Ao atingir essa temperatura, a amostra começa a resfriar. O teste inicia, e a cada 3 °C é avaliado o escoamento com a movimentação do frasco para analisar a fluidez da amostra. Se após 5 segundos não houver movimentação (inclinação da amostra) nessa temperatura, teremos atingido o ponto de fluidez, e o aparelho emite um sinal sonoro indicando o fim da análise.

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o ponto de fluidez em amostras de petróleo e derivados?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Como podemos eliminar estes tipos de interferentes?

Referências Bibliográficas

ASTM D 97, 2005. **Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products.**

<http://www.pensalab.com.br/Laboratorio/ CPP-5Gs-Ponto-de-Fluidez-e-Nevoa/flypage.tpl.html>

<http://www.demec.ufmg.br/disciplinas/ema003/liquidos/oleocomb/oleos.htm>

http://www.ctb.com.pt/?page_id=5576

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do teor de enxofre por fluorescência de ultravioleta

Introdução

A técnica de determinação do teor de enxofre de combustíveis, principalmente no que se refere ao diesel, é muito importante, já que os compostos sulfurados são os principais contaminantes do petróleo e seus derivados, sendo responsáveis pela corrosividade dos produtos de petróleo e pelo envenenamento de catalisadores durante os processos de transformação. Estes compostos aparecem principalmente nas formas de mercaptanas aromáticas, tiofenos e dibenzotiofenos.

Para a realização desta análise será utilizado o Analisador de Enxofre Total da MULTITEK, capaz de realizar análises segundo a ASTM D5453. O equipamento funciona por fluorescência ultravioleta utilizando uma lâmpada com gás de zinco como fonte de radiação, que sofre descarga elétrica e emite essa radiação. Esta é absorvida pelas moléculas de SO_2 , dessa forma, a combustão é realizada para se garantir que todo enxofre orgânico seja oxidado em SO_2 . Essa radiação ultravioleta irá excitar o elétron, que ao retornar para o estado fundamental, irá emitir uma radiação no ultravioleta, mas numa faixa diferente, devido a perda térmica de energia, provocando uma diferença no comprimento de onda da radiação absorvida e emitida.

Equipamento contém um detector PMT (tubo fotomultiplicador), que funciona como se fosse uma película de um metal semiconductor. No momento em que o fóton incide sobre ele, um elétron é emitido. O fóton excita o elétron do semi condutor, mas este não retorna, sendo ejetado da superfície e é multiplicado para gerar o sinal elétrico, sendo capaz de multiplicar o sinal em até 1024 vezes. Por isso que quanto menor a concentração, maior será a intensidade do fotomultiplicador. Em relação a intensidade do fotomultiplicador , usa-se 500 V para curva de alta, 600 V para curva de média, 700 V para curva de baixa

Objetivo

Determinar o teor de enxofre de uma amostra de diesel comercial e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Analisador de enxofre total MULTITEK
- ✓ Becker; EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas); seringa



(Fonte: <http://www.pensalab.com.br/Laboratorio/Multitek-S-Analisador-de-Enxofre-total/flypage.tpl.html>).

Reagentes

Amostra para determinação do teor de enxofre (diesel);

Procedimento Experimental

1ª Parte - Preparando o Software

- Caso o equipamento esteja desligado, deve-se realizar os seguintes passos:
- Liberar os gases dos cilindros (caso as válvulas estejam fechadas);
- Ligar o computador;
- Ligar o acionador;
- Ligar o equipamento;
- Ligar o forno;

- Na área de trabalho do computador, deve-se selecionar o ícone do software do equipamento
- Em seguida, deve-se digitar "admin" como usuário, "password" como senha e selecionar o aparelho HNS;
- Na parte superior da página principal do software, deve-se selecionar a opção "Sequence", e assim, criar uma nova sequência, clicando no ícone "+". Será necessário digitar um nome para a sequência;
- Para adicionar uma nova amostra à sequência, deve-se clicar em "Add".

No espaço destinado a amostra, haverá várias abas:

- Sample Type: Neste espaço deve-se indicar o tipo de amostra. Tratando-se de uma amostra de diesel, deve-se selecionar a opção "Unknown";
- Sample ID: Neste espaço deve-se indicar o nome da amostra;
- Deve-se indicar também o tipo de curva que será utilizada, dependendo do teor de enxofre esperado da amostra. Para amostras com uma concentração de enxofre até 10 ppm, usa-se a curva de baixa, para amostras com concentração entre 10 ppm e 100 ppm, usa-se a curva de média e para amostras com concentração entre 100 ppm e 1000 ppm, usa-se a curva de alta. (**OBS:** Para amostras com uma concentração superior a 1000 ppm, deve-se diluir a amostra. Para isto, de acordo com a proporção entre o solvente e a amostra, deve inserir a proporção do solvente em "Multiplier" e a proporção da amostra em "Divider".).
- Seleciona-se o ícone "Push Button Required";.
- Repete-se o processo até todas as amostras serem inseridas

2ª Parte - Injeção da amostra

Encher a seringa com a amostra de acordo com um tipo de curva a ser utilizada (Curva de alta= 5 mL; Curva de média= 10 mL; Curva de baixa= 15 mL).

- Posicionar a seringa no centro do septo, prendendo a seringa com o auxílio do prendedor existente no acionador.

- Pressionar o botão "Start" no equipamento para dar início a análise.
- Esperar o acionador voltar para sua posição inicial para retirar imediatamente a seringa.
- Aguardar 1 minuto para encher a seringa novamente, lembrando de ambientar a seringa (3 vezes caso a próxima análise seja feita com a mesma amostra da análise anterior ou 5 vezes caso a próxima análise seja feita com uma amostra diferente da anterior) antes de colocar a amostra para análise.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação da viscosidade em petróleo e derivados.

Introdução

A viscosidade de substâncias tem sido um tema de investigação por centenas de anos e pode ser definida como a medida da resistência ao escoamento de um líquido. Quando uma força atua na substância. Há o atrito entre as camadas e mais atrito existe, quanto maior for o valor da viscosidade. O valor da viscosidade dinâmica varia de fluido para fluido e está intimamente ligada a temperatura. Para petróleo e derivados emprega-se a norma ASTM D 7042, Método de Teste Padrão para a viscosidade dinâmica e densidade de líquidos por Viscosímetro Stabinger, SVM 3000, que possui um princípio de medição que pode ser descrito como um viscosímetro rotacional, onde determina-se o valor da **viscosidade dinâmica**. No entanto, como o Stabinger destina-se a dar resultados comparáveis aos viscosímetros capilares convencionais, ao se dividir a viscosidade dinâmica pela densidade (que também é calculado pelo equipamento) obtém-se a **viscosidade cinemática**, que é o resultado padrão da indústria do petróleo.

A medição da viscosidade constitui uma tarefa de suma importância no que diz respeito ao armazenamento, transporte e acondicionamento das amostras. Como essa determinação pode ser feita para diversos tipos de amostras, existirá uma norma (ASTM, NBR ou similar) específica. Por isso, é necessário conhecer a amostra em questão, principalmente no tocante ao melhor solvente para a limpeza do equipamento. Para a realização da análise utilizando o viscosímetro Stabinger a amostra deve ser capaz de ser succionada através da seringa e não deve conter material suspenso em sua composição. Deve-se atentar para a formação de bolhas, pois a mesma não pode ser introduzida no equipamento para evitar erro na análise. Em nenhuma hipótese deve-se utilizar acetona para a secagem do equipamento.

Objetivos

Determinar a viscosidade (dinâmica e cinemática) em amostra de petróleo ou derivados com o auxílio de um viscosímetro de bancada e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Viscosímetro Stabinger SVM 3000 – Anton Paar;
- ✓ Seringa; Béquer;
- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, luvas).



Viscosímetro Stabinger SVM 3000 – Anton Paar Fonte (<http://www.anton-paar.com/br-pt/produtos/detalhes/viscosidade-cinematica-viscosimetro-stabinger-svm-3000/viscosimetro>)

Reagentes

N-Hexano (para limpeza do equipamento); Amostra para determinação da viscosidade (petróleo ou derivados).

Procedimento Experimental

Liga-se a chave na parte traseira do lado esquerdo do equipamento e aguardam-se alguns minutos (entre 5 e 7 min) para a estabilização do mesmo e confira se o valor da densidade marcada pelo equipamento encontra-se na faixa exigida (entre 0,0011 e 0,0018 g/cm³);

Pressione o botão MODE para se determinar o método de análise que pode variar desde M0 até M9. Em seguida, pressione o botão SET e selecione a opção SET TEMPERATURE apertando o botão START para se determinar a temperatura em que será feita a análise (qualquer valor compreendido entre 20° C e 105° C); 5.3. Ainda na opção SET, selecione a opção EDIT SAMPLE NAME pressionando o botão START para se nomear a amostra;

Transfira a amostra a ser analisada para um béquer e com a ajuda da seringa succione o conteúdo até a marca de 5 mL (de uma forma lenta e gradual). Limpe a ponta da seringa com o auxílio de um papel e introduza-a na entrada do suporte de enchimento e rode-a de forma a vedar o cone Luer. Pequenas bolhas de ar ascendem até o topo da seringa;

Encha 2 mL de amostra com velocidade lenta e uniforme. Em seguida pressione START para o equipamento efetuar o pré umedecimento das células de medição e aguarde cerca de 10 segundos. Pressione o botão START para parar o motor e depois injete mais 1 mL. Pressione novamente o botão START e espere o resultado da análise.

Antes da limpeza, esvazie a seringa e encha com ar. Pressione esse ar através das células de medição no suporte de enchimento. Dessa forma, a maior parte da amostra é removida.

Para a limpeza siga os passos descritos em 5.4 e 5.5 trocando a amostra a ser analisada pelo solvente. Repita o procedimento de duas a três vezes de forma a assegurar a melhor limpeza do equipamento. Depois, com o motor parado, ligue o tubo de ar na célula de enchimento e pressione PUMP. Assim que o display mostrar um valor de densidade estável, a célula de densidade está seca.

Para acompanhar o resultado, selecione a opção MENU >>> DATA MEMORY >>> START >>> BROWSE.

Questionário

- (a) Qual a importância em se determinar a viscosidade em amostras de petróleo e derivados?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Quais os cuidados que devem ser tomados para a realização da análise no viscosímetro Stabinger?

Referências Bibliográficas

ASTM D 7042, 2012. **Standard test method for dynamic viscosity and density of liquids by Stabinger Viscometer (and the calculation of kinematic viscosity).**

Viscosímetro Stabinger SVM-3000. Guia de utilização. Anton Paar, 2012. www.anton-paar.com (<http://www.anton-paar.com/br-pt/produtos/detalhes/viscosidade-cinematica-viscosimetro-stabinger-svm-3000/viscosimetro>)

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do Ponto de Fulgor de petróleo e derivados.

1. Introdução

O ponto de fulgor ou *flash point* é a menor temperatura na qual líquidos inflamáveis começam a desprender gases e vapores inflamáveis que entram em combustão quando em contato com uma fonte de calor, porém, uma vez removida a fonte de calor, as chamas não se mantêm devido a insuficiência de gases e vapores desprendidos. Este parâmetro é um fator preponderante na segurança de combustíveis no que diz respeito ao manuseio, transporte e armazenamento de combustíveis derivados do petróleo.

O teste do Ponto de Fulgor pode ser realizado através de 5 métodos diferentes, os quais são: Pensky- Martens, ABEL, TAG, Cleveland e Small Scale (Pequenas Escalas). O método Pensky-Martens cobre a determinação de ponto de fulgor, em vaso fechado, de combustíveis, suspensão de sólidos e líquidos que tendem a formar filme na superfície sob as condições do teste. O método Abel Por Vaso Fechado determina o ponto de fulgor em líquidos com ponto de fulgor entre -30 e +71°C. O método TAG cobre a determinação de Ponto de Fulgor, em vaso fechado a baixas temperaturas, de amostras leves como QAV, gasolinas e solventes. O método Cleveland cobre a determinação de ponto de fulgor e combustão, em vaso aberto, de produtos de petróleo acima de 79°C. O método Small Scale de vaso fechado abrange os procedimentos para testes de ponto de fulgor, dentro da faixa de - 30 à +300 °C, de derivados de petróleo e biodiesel, usando uma pequena escala, em torno de 2 à 4 mL de amostra. O equipamento do Ponto de Fulgor que será utilizado durante a análise será o SETA MULTIFLASH (Automático). O método de análise adotado pelo equipamento é o Pensky-Martens. Este teste do ponto de fulgor segue as especificações da norma ASTM D93, o qual realizada pelos seguintes métodos: O método A é aplicável a combustíveis destilados (diesel, querosene, óleo de aquecimento, combustíveis de turbina), óleos lubrificantes recém-adquiridos, e outros líquidos translúcidos. O método B é aplicável a óleos combustíveis residuais, óleos lubrificantes usados, amostras de petróleo contendo sólidos, amostras de petróleo que tendem a formar uma película de superfície sob condições de teste, e amostras de petróleo que tal viscosidade cinemática não permaneça uniformemente aquecida sob as condições de agitação e aquecimento do processo A.

A amostra a ser analisada não deve conter umidade para evitar um curto no ignitor elétrico, o que causaria a quebra do equipamento. Com isso, a amostra deve ser tratada

previamente com um sal, como o cloreto de cálcio, para remover a água presente. Em seguida, é necessário fazer uma filtração simples para remoção dos sólidos (cloreto de cálcio) e assim deixar a amostra pronta para análise.

Objetivo

Determinar o ponto de fulgor de uma amostra de diesel comercial e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Ponto de fulgor Pensky-Martens automático SETA MULTIFLASH;
- ✓ Becker; EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas); Capela de exaustão.



Pensky-Martens Automático SETA MULTIFLASH

(Fonte: <http://www.stanhope-seta.co.uk/3191/Seta-Multiflash-Pensky-Martens-Flash-Point-Module>).

Reagentes

- ✓ Amostra para determinação do ponto de fulgor (diesel);

Procedimento Experimental

Com o equipamento desligado, deve-se levantar cuidadosamente a cabeça do equipamento;

Retirar a tampa e o recipiente, respectivamente. Colocar a tampa no suporte apropriado;

Encher o recipiente com a amostra até a marcação;

Em seguida, conectar o recipiente no aparelho de modo que fique devidamente encaixado nos pinos. Posteriormente conectar a tampa de maneira que esteja também encaixada nos pinos;

Abaixar a cabeça de tal modo que barra de metal na região inferior da cabeça fique entre os dois pinos;
Ligar o equipamento;
Clicar em “2Run Test”;
Nomear a amostra;
Programar a temperatura esperada em “Expect Flash”;
Selecionar o tipo de Processo;
Clicar em “2Run Test”, “Next” e “Next”. Aguardar o término da análise.

Questionário

- (a) Qual a importância de obter o ponto de fulgor do óleo diesel?
- (b) Quais os possíveis fatores que poderiam causar erros na leitura do equipamento?
- (c) Cite quais os métodos usados para determinação do ponto de fulgor segundo a ASTM D93 e explique os mesmos.

Referências Bibliográficas

ASTM D 3828. **Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester**. Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2012a.

ASTM D 92. **Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester**. Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2012b.

ASTM D 93. **Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester**. Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2002a.

ASTM D 56. **Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester**. Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2010.

International Organization for Standardization (2013), “**Determination of Flash Point by Closed-Cup Method – ISO 13736**”.

<http://www.stanhope-seta.co.uk/3191/Seta-Multiflash-Pensky-Martens-Flash-Point-Module>.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do ponto de névoa em derivados de petróleo

Introdução

O ponto de névoa é definido como a menor temperatura em que se observa o aparecimento de névoa ou turvação em determinada amostra. Indica o início da cristalização quando a amostra é submetida a resfriamento.

Tal ensaio é aplicado a produtos claros e é um indicativo das dificuldades de escoamento de determinado produto. Os hidrocarbonetos mais suscetíveis à cristalização são os parafínicos, apresentando assim valores de temperatura de cristalização mais elevados que os demais, o que obriga a se ter cuidados especiais no seu transporte e armazenamento.

Quanto maior o ponto de névoa, maior a temperatura de ebulição e maior teor % de hidrocarbonetos parafínicos.

O ensaio em si resume-se no fato da amostra ser resfriada, sendo observada cada queda de temperatura em 1°C, até que seja notado o aparecimento de turvação, constatado pela formação de um anel no fundo do tubo de ensaio. No caso do equipamento CPP 5Gs esse tubo trata-se de um frasco com marcação que contém um menisco para indicação da quantidade de amostra e no fundo do mesmo há presença de uma superfície espelhada.

A detecção da turvação da amostra é o indicativo do ponto de névoa, tal detecção é feita através de um feixe de luz que é lançado na amostra, ao incidir sobre a mesma o sinal atravessa, atinge o fundo do frasco espelhado e retorna a um sensor na cabeça de medição, até que quando atingida temperatura correspondente ao ponto de névoa o feixe incidente se espalha ao atingir os cristais formados e não retorna.

A norma utilizada para este teste é a ASTM D 2500 (método de teste padrão para produtos de petróleo). Para realização da análise do ponto de névoa é importante que a amostra esteja à temperatura ambiente para permitir que por si só o equipamento resfrie a amostra e não ocorra erro de medição caso a temperatura da amostra resfriada esteja próxima a do ponto de névoa.

Objetivos

Determinar o ponto de névoa de uma amostra de derivado de petróleo (amostra clara) e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Ponto de Névoa – CPP 5Gs;
- ✓ Frasco para acondicionar amostra;
- ✓ Cabeça de medição;
- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas).



CPP 5Gs – Ponto de Fluidez e Névoa

(Fonte:<http://www.pensalab.com.br/Laboratorio/ CPP-5Gs-Ponto-de-Fluidez-e-Nevoa/flypage.tpl.html>).

Reagentes

- ✓ Amostra clara (diesel ou biodiesel);
- ✓ N-heptano (limpeza);
- ✓ Acetona (secagem).

Procedimento Experimental

Inicialmente deve-se escolher a cabeça de medição e o frasco correto para o teste de ponto de névoa;

Em seguida despejar a amostra no recipiente próprio do CPP 5Gs até a marca já padronizada (menisco). Normalmente a amostra deve estar à temperatura ambiente;

Coloca-se o frasco com a amostra na parte de cima do equipamento para o encaixe da cortiça (anel suporte), onde a mesma tem a função de impedir que a amostra entre em contato com as paredes internas do equipamento;

Leva-se o frasco com amostra e cortiça para o espaço interno (*jacket*) do equipamento;

Depois liga-se a chave principal na lateral do equipamento;

Inseri-se a tampa no frasco e com movimento de rosca esta é presa;

Nomea-se a amostra de teste;

E por fim, pressiona-se *START* e o teste é iniciado. A amostra é submetida a resfriamento, a cada um 1°C, até que haja o aparecimento de uma área turva no fundo do frasco de teste, quando então o aparelho emite um sinal sonoro indicando o fim da análise e ponto de névoa encontrado.

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o ponto de névoa em derivados de petróleo?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Explique porque não utilizam-se amostras escuras para determinação do ponto de névoa.

Referências Bibliográficas

ASTM D 2500, 2005. **Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products.**

<http://www.grupos.com.br/group/peg1sem2008/Messages.html?action=download&year=08&month=4&id=1208989228124221&attach=Aula>.

<http://www.pensalab.com.br/Laboratorio/ CPP-5Gs-Ponto-de-Fluidez-e-Nevoa/flypage.tpl.html>

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação de água e sedimentos em petróleo bruto pelo método da centrífuga (BSW – basic sediments and water)

Introdução

Na indústria petrolífera, é usual a medição de propriedades físico-químicas tais como viscosidade, densidade, salinidade, teor de água e sedimentos (BSW), IAT (Índice de Acidez Total) dentre as quais, o BSW e o IST (Índice de Sal Total) apresentam grande importância no dimensionamento dos equipamentos utilizados na exploração do petróleo (FRINHANI et al., 2007).

No processo de produção de petróleo é comum a co-produção de contaminantes não desejados onde se destaca a água de formação, geralmente, sob a forma emulsionada e com elevada salinidade, onde a quantidade de água produzida conjuntamente com o petróleo pode variar desde zero até valores próximos a 100%.

O conhecimento do conteúdo de água e de sedimentos no petróleo bruto é importante porque sua presença pode provocar a corrosão de equipamentos e causar problemas durante o seu processamento. A determinação do teor de água e sedimentos também é necessária para medir com precisão volumes líquidos reais de petróleo a ser produzido.

A forma de verificação irá depender de determinadas características e fatores como: campo produtor, custos envolvidos e as facilidades de produção desse campo. A análise BSW é realizada usualmente a partir de amostras coletadas na cabeça do poço e enviadas ao laboratório para esse fim. Para se obter o BSW podem ser destacadas diversas técnicas como micro-ondas, condutividade elétrica e aceleração de Coriolis (PESSOA, 2007). Um dos métodos mais comuns para determinação do BSW, seja de amostras de petróleo bruto seja de óleos combustíveis, trata-se do método da centrífuga (ASTM D4007 e ASTM D1796, respectivamente).

Tal método é feito diluindo-se as amostras de óleo em solvente orgânico na presença de desemulsificante com posterior aquecimento e centrifugação da mistura. Após a centrifugação verifica-se a separação de fases e pode-se então aferir o volume de água e sedimentos presente de acordo com a graduação do tubo cônico. O teor permitido para entrega do petróleo para refino compreende o valor máximo de 1% (ASTM D4007, 2011).

Objetivos

Determinar o teor de água e sedimentos (BSW) em amostra de petróleo (óleo cru) e/ou em óleo diesel com auxílio do método da centrífuga e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Centrífuga de bancada digital para análise de biodiesel, petróleo e seus derivados, modelo SL 706 - Solab;
- ✓ Pipeta;
- ✓ Tubos cônicos BSW;
- ✓ Banho-maria;



- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas);

Centrífuga de bancada digital para análise de biodiesel, petróleo e seus derivados. Modelo SL 706 – Solab. (Fonte: [http:// www.solabcientifica.com.br/](http://www.solabcientifica.com.br/)).

Reagentes

- ✓ Tolueno P.A ou querosene (solvente);
- ✓ Desemulsificador (slug);
- ✓ Amostra para determinação do teor de água e sedimentos (petróleo).

Procedimento Experimental

Programação da centrífuga:

Para análise BSW segundo a norma ASTM D4007 (2011) a seguinte programação deve ser realizada: o Tempo de Processo deve ser de 10 min, e por recomendação de segurança, segundo o fabricante da centrífuga, o tempo de Aceleração e Desaceleração deve possuir valor mínimo de 60 s; a Velocidade de Rotação deve ser de 1500 rpm; e a Temperatura do Ensaio de 60 °C.

Procedimento para análise BSW do óleo cru (ASTM D4007 – 11)

- I. Transferir 50 ml de solvente orgânico (tolueno ou querosene) para tubo cônico;
- II. Completar até 100 ml com amostra de óleo a ser analisada;
- III. Adicionar 3 gotas (0,2 mL) de desemulsificante, em seguida tapar os tubos e fazer 10 inversões consecutivas assegurando que óleo e solventes estão misturados;
- IV. Em capela, colocar os tubos em banho-maria a temperatura de 60 °C por 10 min;
- V. Posteriormente, centrifugar por 10 min (1500 rpm, 60 °C). Recomenda-se que a análise seja feita em duplicata;
- VI. Imediatamente após a centrífuga parar, deve-se efetuar leitura e registrar o volume combinado de água e sedimentos no tubo cônico;
- VII. Deve-se repetir a operação de centrifugação por 3 leituras consecutivas até que o volume combinado de água e sedimentos permaneça constante. O resultado é expresso em % v/v.
- VIII. Anota-se o volume final de água e sedimentos em cada tubo. Se a diferença entre as duas leituras é maior do que uma subdivisão no tubo de centrifugação a determinação deve ser repetida.
- IX. Expressa-se a soma das duas leituras admissíveis como percentagem em volume de água e sedimentos, e os resultados são relatados como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1. Expressão dos resultados (mL).

Tube 1	Tube 2	Total Percent Water and Sediment, % (V/V)
No visible water and sediment	No visible water and sediment	0.00
No visible water and sediment	0.025	0.025
0.025	0.025	0.05
0.025	0.05	0.075
0.05	0.05	0.10
0.05	0.075	0.125
0.075	0.075	0.15
0.075	0.10	0.175
0.10	0.10	0.20
0.10	0.15	0.25

Fonte: ASTM D4007 – 11.

OBS.: A centrífuga BSW possui capacidade para acomodar até quatro tubos cônicos de 100 ml por vez, o que de forma alguma torna obrigatório o uso dos quatro espaços destinados aos tubos, porém deve-se obedecer ao preceito de manter o devido equilíbrio sempre utilizando 2 ou 4 tubos, nunca apenas 1 ou 3 evitando-se acidentes. Os tubos combinados (em lados opostos) devem estar preenchidos com igual volume e com substâncias de peso molecular similar. Caso deseje-se determinar o percentual de água e sedimentos em apenas um tubo, um tubo auxiliar deverá conter igual volume de solvente para manter o equilíbrio.

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o teor de água e sedimentos em amostras de petróleo?
- (b) Que medidas podem ser tomadas para reduzir o teor de água e sedimentos de amostras de petróleo?

Referências Bibliográficas

ASTM D 4007, 2011. **Standard Test Method for Water and Sediment in Crude Oil by the centrifuge method (laboratory procedure).**

FRINHANI, R. Q.; SAD, C. M. S.; MANTOVANI, G. L.; FILGUEIRAS, P. R.;

MORIGAKI, M. K.; CASTRO, E. V. R. **Estudo da Correlação do Teor de Sal e BSW em Petróleos do Estado do Espírito Santo.** Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Química, Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Metodologias para a Análise de Petróleos. 30° Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2007.

PESSOA, P. A. S. **Confiabilidade metrológica na medição da grandeza temperatura para determinação de sedimentos básicos e água do petróleo.** (Monografia) Especialização na área de engenharia de processos em plantas de petróleo e gás. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2007.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do ponto de anilina de petróleo e derivados.

Introdução

O ponto de anilina é definido como a temperatura mínima em que volumes iguais de anilina e amostra apresentam condições de completa miscibilidade. Já o ponto de anilina misto, é a temperatura mínima em que dois volumes de anilina, um volume de amostra e um volume de n-heptano apresentam condições de completa miscibilidade, sendo aplicável a misturas que possuem pontos de anilina abaixo da temperatura à qual a anilina cristaliza a partir da mistura.

Essa propriedade é importante para a caracterização de hidrocarbonetos puros e na análise de misturas de hidrocarbonetos, fornecendo uma estimativa do teor de aromáticos. Como a anilina trata-se de um composto aromático, ela mistura-se bem em óleos que também possuem um teor de aromáticos elevado, logo, hidrocarbonetos aromáticos apresentam um menor valor de ponto de anilina, enquanto parafinas exibem valores mais altos. Em séries homólogas, o ponto de anilina aumenta juntamente com o peso molecular (Riazi, 2005).

A realização dessa análise físico-química, assim como outras, é definida segundo uma norma (ASTM, NBR, ou similar), que estabelece como o experimento deve ser feito, assim como os cuidados que se deve ter com as amostras e com os reagentes necessários para o experimento. Conseqüentemente, as normas usadas para esse teste são a ASTM D611 – 04 (Método de teste padrão para ponto de anilina e ponto de anilina misto de derivados de petróleo e solventes hidrocarbônicos) e a ISSO 2977 – 97 (Derivados de petróleo e solventes hidrocarbônicos - Determinação do ponto de anilina e ponto de anilina misto).

De maneira geral, essa análise é realizada usando-se amostras em temperatura ambiente. Além disso, a amostra e a anilina devem ser tratadas com sulfato de cálcio ou sódio anidro, pois a presença de água em qualquer um dos reagentes pode interferir no resultado do teste.

Objetivos

Determinar o ponto de anilina de um derivado do petróleo e compreender a importância dessa análise, assim como o funcionamento do equipamento.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Equipamento TANAKA modelo "aap-6" para medição do ponto de anilina; Pipetas volumétricas de 10 mL; Béckers; Cilindro de ar pressurizado; Pipeta de Pasteur; EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas);
- ✓ Capela de exaustão.



Detector de Ponto de Anilina aap-6 - TANAKA (Fonte: <http://www.tanaka-sci.com/en/products/aap-6.php>).

Métodos de análise

O detector de ponto de anilina aap-6 da TANAKA, é capaz de realizar o experimento através de cinco métodos:

RPA (Clear Sample)

O método RPA (equivalente ao método de teste A citado na norma ASTM D611) é adequado para amostras transparentes cujo ponto de ebulição inicial está acima da temperatura ambiente e onde o ponto de anilina é abaixo do ponto de bolha e acima do ponto de solidificação da mistura de anilina-amostra. Neste modo, o ponto de anilina é medido de 3 a 5 vezes, onde o intervalo de três observações sucessivas não deve ser superior a 0,1°C.

RPB (Dark Sample)

O método RPB (equivalente ao método de teste B citado na norma ASTM D611) é adequado para amostras muito escuras para serem testadas pelo Método de Teste A. Neste modo, o ponto de anilina é medido de 3 a 5 vezes, onde o intervalo de três observações sucessivas não deve ser superior a 0,2°C.

SPE (Special Test)

O método SPE é utilizado em casos onde não se conhece o ponto de anilina esperado, dessa forma, usa-se este método para se encontrar o ponto de anilina estimado e para definir a agitação do teste.

Single Test

Este método realiza a detecção de ponto de anilina uma vez (sem repetição).

Manual Temp Set

Este modo de teste é usado para reter a temperatura de uma parte do teste, para derreter uma amostra sólida ou realizar a calibração de temperatura.

Reagentes

- ✓ Anilina P.A; N-heptano P.A; N-hexano P.A; Acetona; Amostra (óleo cru ou derivado).

Procedimento Experimental

Cuidados: A anilina é uma substância de extrema toxicidade. É obrigatório o uso de luvas e óculos de proteção durante a sua manipulação. Evitar contato com a pele e a transferência da anilina com uma pipeta em contato direto com a boca. A anilina também deve ser guardada em frasco âmbar e se necessário, envolto por papel alumínio, evitando ao máximo seu acesso à luz como medida preventiva para impedir a oxidação da anilina.

Ligar o aparelho através do interruptor situado na lateral direita do aparelho

No visor do aparelho, definir o nome da amostra, o nome do operador, o método de teste, o ponto de anilina esperado e a velocidade de agitação do teste.

Pipetar 10 ml da anilina previamente tratada com sulfato de cálcio ou sódio anidro e transferi-la para o aparelho.

Pipetar 10 ml da amostra de óleo e transferi-la para o equipamento.

Obs: Caso seja realizada a verificação da anilina, usa-se 10 ml de anilina e 10 ml de n-heptano, no lugar da amostra de óleo.

Apertar o botão "Start" e aguardar o resultado do teste que será informado em °C.

Após o fim do teste, retirar o conteúdo da célula e adiciona-se 20 ml de n-heptano ou n-hexano em um bécker. Transferir esse volume para o aparelho e selecionar no visor a opção “Stir run” para o solvente circular na célula e realizar a limpeza do aparelho. (Dependendo da viscosidade da amostra analisada, deve-se repetir esta etapa do procedimento experimental quantas vezes forem necessárias para garantir a limpeza da célula).

Colocar 20 mL de acetona em um bécker. Transferir esse volume para o aparelho e selecionar no visor a opção “Stir run” para o solvente circular na célula e realizar a limpeza do aparelho.

Por fim, usar ar pressurizado para secar a célula, conectando a mangueira do cilindro de ar na parte superior da célula por onde as amostras são inseridas.

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o ponto de anilina em amostras de petróleo e derivados?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Descreva como o sensor óptico do equipamento utilizado durante o experimento identifica o ponto de anilina.
- (d) Determine a % de aromáticos no óleo após os experimentos com PA e densidade.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do ponto de entupimento de óleo diesel ou biodiesel.

Introdução

O ponto de entupimento é a maior temperatura, expressa em múltiplos de 1°C, na qual dado volume de combustível deixa de passar através de um dispositivo de filtração padrão, em um tempo específico, quando refrigerado sob as condições prescritas no método. Neste procedimento uma quantidade de amostra é refrigerada sob condições específicas e em intervalos de 1°C, é succionada para uma pipeta sob um vácuo controlado através de um sistema de filtro padrão. O procedimento é repetido e a amostra continua a ser refrigerada e succionada a cada 1°C abaixo da primeira temperatura de teste. O teste continua até que uma quantidade de cristais que se formam durante o teste seja suficiente para interromper ou diminuir a vazão, de modo que, o tempo levado para encher a pipeta exceda a 60s ou a amostra não retorne completamente para o recipiente da amostra antes da amostra esfriar mais 1°C. A temperatura indicada quando ocorreu à última filtração é reportada como o CFPP. Para o óleo diesel e outros derivados de petróleo emprega-se a ASTM D 6371 (Método de Teste Padrão Para Ponto de Entupimento de Filtro a Frio de Diesel e Combustíveis de Aquecimento), que se trata de um guia geral para a aplicação do Ponto de Entupimento. Para a realização desta análise é necessário que a amostra esteja à temperatura ambiente ou levemente resfriada.

Objetivos

Determinar o ponto de entupimento de uma amostra de óleo diesel ou biodiesel (dentre outros tipos de amostras) e compreender a importância desta análise.



Ponto de Entupimento – AFP 102 – Tanaka (Fonte: <http://www.icr3.com.br/produto/ponto-de-entupimento-afp-102/>).

Materiais e Equipamentos

Ponto de Entupimento AFP 102 - Tanaka;

Pipeta; Filtro; EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas).

Reagentes

Amostra (diesel ou biodiesel); N-heptano ou n-hexano (limpeza); Acetona (secagem).

Procedimento Experimental

Ligar o banho de refrigeração. Em seguida ligar a chave principal do AFP-102 na lateral do equipamento;

Transferir amostra filtrada para o recipiente até a marcação de 45 ml, depois colocar o recipiente dentro do espaçador e então colocar todo o conjunto dentro da unidade de banho;

Colocar a unidade pipeta / filtro dentro do recipiente junto com a tampa. O sensor de temperatura deverá ser introduzido em um orifício específico na tampa e deve estar faceando o fundo do recipiente;

Puxar a unidade dos detectores e encaixar a pipeta. Certifica-se se está bem encaixada; Selecionar o *Cloud Point* esperado (*Cloud. P*) pressionando as tecla esquerda e direita, e mudar o valor pressionando as teclas pra cima e pra baixo. Se o *cloud point* não for conhecido selecione a temperatura ambiente como *cloud point*;

Pressionar *START* e a lâmpada *RUN* ascenderá, e o teste é iniciado. O *display* mostrará o teste padrão dos detectores por 6s e o teste é realizado automaticamente. A detecção (sucção da amostra) é iniciada 5°C acima do cloud point esperado, e a operação se repete a cada 1°C que a temperatura da amostra baixa até o CFPP. Detecção do CFPP ocorre nas seguintes condições:

- ✓ Se a amostra não encher a pipeta até o detector superior em 60s.
- ✓ Se a amostra encher a pipeta até o detector superior, porém não retornar completamente para o recipiente antes de se iniciada a próxima sucção. Neste caso no lado esquerdo do display aparecerá a marca (*).

Se o tempo para a amostra alcançar o detector superior exceder à 60s na primeira sucção, o valor de temperatura mostrado é congelado na tela e começa a piscar, e encima do valor de temperatura aparece NG 1st. Neste caso, alterar o cloud point para uma temperatura maior e reiniciar o teste;

Quando o CFPP é detectado na segunda sucção ou depois, o valor de temperatura mostrado é congelado na tela e começa a piscar. Ao mesmo tempo o beep toca intermitentemente por poucos segundos, e o banho começa a aquecer até a temperatura do banho alcançar 20°C através do Elemento Peltier (lâmpada *WARM* ascende).

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o ponto de entupimento para amostras de diesel e biodiesel?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Em que consiste esse teste? Ele ocorre devido a formação de cristais de que tipo de hidrocarboneto?
- (d)

Referências Bibliográficas

ASTM D 6371, 1999. **Standard Test Method for Cold Filter Plugging Point of Diesel and Heating Fuels.**

Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2013.

Equipamento Para a Determinação Automática do Ponto de Entupimento AFP 102L. Disponível em:

<<http://www.icr3.com.br/produto/ponto-de-entupimento-afp-102l/>>

RIAZI, M.R. **Characterization and properties of petroleum fractions.** 1. ed. Philadelphia: ASTM manual series: MNL50, 2005.429p. Disponível em:

<[http://www.alidasmeh.com/resources/files/Characterization%20and%20Properties%20of%20Petroleum%20Fractions\(1\).pdf](http://www.alidasmeh.com/resources/files/Characterization%20and%20Properties%20of%20Petroleum%20Fractions(1).pdf)>.

LABORATÓRIO DE TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS
PROFESSORA DRA. LUCIENE DA SILVA SANTOS
ROTEIRO DE AULA PRÁTICA:

Determinação do teor de água (umidade) em petróleo e derivados.

Introdução

Vários são os métodos utilizados para a determinação quantitativa de água em um produto acabado. Os mais utilizados são: método gravimétrico, método da destilação em aparelho Dean & Stark e método titulométrico Karl Fischer. Esses métodos fornecem resultados numéricos facilmente interpretados. A titulação Karl Fischer é provavelmente o método analítico mais usado para aferir teor de umidade. Produtos como queijo, manteiga, mel, leite em pó, papel, plásticos, e até petróleo são analisados por este método assim como muitos outros.

O método consiste na titulação de uma amostra diluída em um solvente (tipicamente um álcool, tal como metanol, etileno-glicol ou 2-metoxietanol), com o reagente Karl Fischer, que é uma solução contendo iodo, dióxido de enxofre e uma base orgânica (geralmente amina). O ponto final da titulação é determinado potenciométricamente com um eletrodo de platina, que detecta uma mudança acentuada na resistência da célula quando o iodo é reduzido por dióxido de enxofre na presença de água, e a sua medição é relacionada com o teor de água na amostra analisada.



Reação de Karl Fischer.

O iodo (I₂) é reduzido para iodeto (I⁻) na presença de água. Quando toda água da amostra for consumida, a reação cessa. A titulação direta usualmente fornece a água total, ou seja, água livre mais a água de hidratação. O volume de reagente de Karl Fischer gasto na titulação da amostra é então utilizado nos cálculos do teor de umidade. A aplicação do Karl Fischer pode ser feita tanto para compostos orgânicos quanto inorgânicos (sólidos ou líquidos).

Atualmente, a titulação Karl Fischer pode ser realizada com tituladores automáticos que realizam a titulação com auxílio de eletrodos de platina. Os tituladores Karl Fischer podem ser de dois tipos: coulométrico ou volumétrico. Nos tituladores volumétricos o titulante é adicionado a partir do exterior da célula por bureta e bomba, para amostras com alto teor de água, e os resultados são baseados no volume de titulante necessário. Quanto ao coulométrico, o titulante é gerado no interior da célula eletroquímica, para as amostras com baixo teor de água, e os resultados se baseiam no número de elétrons (coulombs) necessário para alcançar o ponto final. Recomenda-se que amostras que contenham concentrações de água de 500 mg/Kg (500 ppm) ou menos utilize-se a técnica coulométrica devido a maior sensibilidade.

A determinação da umidade é uma das medições mais importantes principalmente quando se fala em alimentos, pois a mesma está relacionada com a sua estabilidade e qualidade, e pode afetar as características de determinado produto quanto à estocagem, embalagem e processamento. De forma similar, em outras áreas também é de suma importância a determinação do teor de água uma vez que sua presença pode-se configurar como um interferente ou mesmo um fator para alteração das características originais de determinado produto.

Conforme a aplicação pode ser feita em diversos tipos de amostras, existirá uma norma (ASTM, NBR, ou similar) que definirá como a determinação deverá ser feita, para tanto é necessário conhecer a amostra em questão. Para petróleo e derivados emprega-se a ASTM D 6304 (Método de teste padrão para determinação de água em produtos de petróleo, lubrificantes e aditivos por titulação coulométrica Karl Fischer). De uma forma geral, a ASTM E 203 – 08 (Método de teste padrão para água usando titulação volumétrica Karl Fischer) trata-se de um guia geral para a aplicação do Karl Fischer (KF) por titulação volumétrica para determinar a água livre e a água de hidratação na maioria dos compostos orgânicos e inorgânicos, sólidos ou líquidos. Para realização da análise utilizando-se o Karl Fischer é importante que a amostra esteja à temperatura

ambiente e protegida (acondicionada em recipiente) para evitar absorver umidade do ambiente até o momento da análise.

Objetivos

Determinar o teor de água (umidade) em amostra de petróleo (óleo cru) ou derivado com auxílio de titulador Karl Fischer volumétrico e compreender a importância desta análise.

Materiais e Equipamentos

- ✓ Titulador Volumétrico Karl Fischer HI 903 – I
- ✓ Pipeta; Seringa; Vidro de relógio; Espátula;
- ✓ EPI's (jaleco, sapato fechado, óculos, luvas)
- ✓ Balança analítica; Capela de exaustão.



Titulador Volumétrico Karl
Fischer HI 903 – Hanna (Fonte:
<http://www.hannabrasil.com/produtos/titulacao/titulador-volumetrico-karl-fischer>).

Reagentes

- ✓ Álcool metílico KF seco 0,01% de água (solvente); Karl Fischer reagente (titulante); Amostra para determinação do teor de umidade (óleo cru ou derivados).

Procedimento Experimental

Cuidados: o reagente de KF contém quatro compostos tóxicos, isto é, o iodo, o dióxido de enxofre, piridina ou outras bases orgânicas, e metanol ou éter glicol; o

reagente deve ser dispensado em uma área bem ventilada; deve-se evitar a inalação ou contato direto do reagente com a pele; é importante a manipulação na capela.

Liga-se a chave na parte traseira e lado direito do equipamento e aguardam-se alguns segundos;

Certifica-se que todos os componentes do titulador estão devidamente instalados, e em seguida assegura-se que o sistema do recipiente de titulação está devidamente selado contra a umidade atmosférica;

Os reagentes (titulante e solvente) têm de ser adequados aos requisitos das análises a serem feitas o que dependerá estritamente da amostra a ser analisada. Para a análise de óleo cru com o Karl Fischer volumétrico definiu-se um método: como solvente álcool metílico (KF) e como titulante reagente KF 1 mg titulante / 5 ml H₂O (composição 5), e agitação magnética em 900 rpm;

Preenche-se a bureta de capacidade de 5 ml com o titulante. E em seguida preenche-se o recipiente de titulação com aproximadamente 50 ml (marcação mínima) de solvente (álcool metílico KF);

Introdução da amostra - a injeção da amostra para medição pode ser feita em massa ou em volume, caso seja feita em volume é necessário conhecer a densidade da mesma: abre-se o compartimento na superfície da célula e despeja-se a amostra com auxílio de uma seringa (para líquidos ou fluidos) ou com auxílio de espátula e vidro de relógio (no caso de sólidos), e em seguida fecha-se o compartimento;

Com a obtenção da massa ou volume da amostra utilizada tal valor é relatado ao aparelho, e em seguida pode-se iniciar a titulação automática;

Ao detectar o fim da titulação o equipamento emite um sinal sonoro e mostra o resultado obtido (teor de água) na tela que pode ser na forma de %, ppm, mg/g, mg/ml, entre outros. No SETUP é possível ainda visualizar todo o procedimento de análise assim com definir as configurações de usuário.

Questionário

- (a) Qual a importância de determinar o teor de umidade em amostras de petróleo e derivados?
- (b) Quais são os possíveis interferentes encontrados para este tipo de análise?
- (c) Pesquise e descreva de forma sucinta e resumida como funcionam duas outras formas de determinação de umidade em amostras, podendo se aplicar ou não a petróleo e derivados.

Referências Bibliográficas

ASTM D 6304, 2007. **Standard test method for determination of water in petroleum products, lubricating oils, and additives by coulometric karl fischer titration.**

ASTM E 203, 2008. **Standard test method for water using volumetric karl fischer titration.** Washington, DC: American Society for Testing and Materials, 2013.

Titulador Karl Fischer. Guia de Utilização HI 903. Hanna Instruments, 2009. www.hannabrasil.com.

<http://www.hannabrasil.com/produtos/titulacao/titulador-volumetrico-karl-fischer>