

GÁS LIQUEFEITO DE PETRÓLEO (GLP) - DETERMINAÇÃO DOS CONSTITUINTES POR CROMATOGRAFIA GASOSA

Método de Ensaio

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. O Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma é o responsável pela adoção e aplicação dos itens da mesma.

Requisito Mandatório: Prescrição estabelecida como a mais adequada e que deve ser utilizada estritamente em conformidade com esta Norma. Uma eventual resolução de não segui-la ("não-conformidade" com esta Norma) deve ter fundamentos técnico-gerenciais e deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "dever", "ser", "exigir", "determinar" e outros verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada (não-mandatária): Prescrição que pode ser utilizada nas condições previstas por esta Norma, mas que admite (e adverte sobre) a possibilidade de alternativa (não escrita nesta Norma) mais adequada à aplicação específica. A alternativa adotada deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "recomendar", "poder", "sugerir" e "aconselhar" (verbos de caráter não-impositivo). É indicada pela expressão: **[Prática Recomendada]**.

Cópias dos registros das "não-conformidades" com esta Norma, que possam contribuir para o aprimoramento da mesma, devem ser enviadas para a CONTEC - Subcomissão Autora.

As propostas para revisão desta Norma devem ser enviadas à CONTEC - Subcomissão Autora, indicando a sua identificação alfanumérica e revisão, o item a ser revisado, a proposta de redação e a justificativa técnico-econômica. As propostas são apreciadas durante os trabalhos para alteração desta Norma.

"A presente Norma é titularidade exclusiva da PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. - PETROBRAS, de uso interno na Companhia, e qualquer reprodução para utilização ou divulgação externa, sem a prévia e expressa autorização da titular, importa em ato ilícito nos termos da legislação pertinente, através da qual serão imputadas as responsabilidades cabíveis. A circulação externa será regulada mediante cláusula própria de Sigilo e Confidencialidade, nos termos do direito intelectual e propriedade industrial."

Apresentação

As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho – GTs (formados por especialistas da Companhia e das suas Subsidiárias), são comentadas pelos Representantes Locais (representantes das Unidades Industriais, Empreendimentos de Engenharia, Divisões Técnicas e Subsidiárias), são aprovadas pelas Subcomissões Autoras – SCs (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando os Órgãos da Companhia e as Subsidiárias) e aprovadas pelo Plenário da CONTEC (formado pelos representantes das Superintendências dos Órgãos da Companhia e das suas Subsidiárias, usuários das normas). Uma norma técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 (cinco) anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a norma PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as normas técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para determinação dos constituintes do gás liquefeito de petróleo (GLP) por cromatografia gasosa.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Aplica-se à análise de misturas de hidrocarbonetos na faixa de C₂ a C₅+ que contenham ou não dióxido de carbono ou gás sulfídrico.

3 RESUMO

A amostra é introduzida em uma coluna cromatográfica onde a separação dos constituintes se processa por partição. Após o pico do 1,3 butadieno, faz-se a reversão do fluxo da coluna para a eluição dos componentes mais pesados. As substâncias são detectadas e registradas, formando o cromatograma da amostra (ANEXO A). O cálculo da concentração de cada componente é obtido, multiplicando-se as áreas dos picos pelos seus respectivos fatores de resposta do detector, e, em seguida, a normalização dos valores para obtenção da composição percentual (Nota 1).

Nota 1: Caso a amostra contenha metano, esta deve ser analisada também em uma coluna de porapak Q. A quantificação deve ser feita por amarração através do pico do etano.

4 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- | | |
|-------------|--|
| ASTM D 2163 | - Standard methods for analysis of liquefied petroleum gases (GLP) and propene concentrates by gas chromatography; |
| ACS | - American Chemical Society Specifications - COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS. |

Origem: CONTEC - Subcomissão nº 20 - Técnicas Analíticas de Laboratório.

Toda Norma é dinâmica, estando sujeita a revisões. Comentários e sugestões, para seu aprimoramento, devem ser encaminhados à Comissão de Normas Técnicas da PETROBRAS - CONTEC.

Palavras-chave: cromatografia gasosa - GLP.

5 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

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

5.2 O ANEXO B contém algumas informações de segurança referentes aos reagentes a serem utilizados pelo método.

6 APARELHAGEM E MATERIAIS

6.1 Cromatógrafo

Cromatógrafo a gás equipado com detector de condutividade térmica (Nota 2), válvula de amostragem de gás e válvula de reversão de fluxo.

6.2 Registrador/Integrador

Integrador eletrônico ou equipamento equivalente, para obtenção das áreas dos picos.

6.3 Coluna (Nota 2)

6.3.1 Tubo de aço inox de 10 m de comprimento e 0,32 cm (1/8") de diâmetro externo.

6.3.2 Chromosorb P AW, 80-100 mesh.

6.3.3 Sebaconitrila.

6.4 Lã de vidro (ANEXO B).

Nota 2: Para amostras de GLP que não contenham dióxido de carbono e/ou gás sulfídrico, podem ser usados outros recheios de coluna (norma ASTM D 2163) e detector de ionização por chama de hidrogênio.

7 REAGENTES, SOLVENTES E SOLUÇÕES

Todos os reagentes devem ser de grau p.a., equivalente à especificação ACS.

7.1 Ácido fosfórico (ANEXO B).

7.2 Hidrogênio (Nota 3, ANEXO B).

7.3 Acetona (ANEXO B).

7.4 Éter de petróleo (ANEXO B).

7.5 Metanol (ANEXO B).

Nota 3: Pode ser usado hidrogênio comercial, desde que passe através de um filtro de linha, consistindo de 1/3 de sílica-gel (1 a 4 mm) e 2/3 de peneira molecular 5A, 4,76 a 2,38 mm (4-8 mesh).

8 PROCEDIMENTO

8.1 Preparação da coluna

Preparar a coluna conforme descrito no ANEXO C.

8.2 Preparação da aparelhagem

8.2.1 Instalar a coluna no cromatógrafo.

8.2.2 Estabelecer uma pressão adequada do gás de arraste na cabeça da coluna, para obtenção da vazão de 30 ml/min de hidrogênio.

8.2.3 Testar vazamento nas extremidades da coluna.

8.2.4 Ajustar as seguintes condições de operação:

- temperatura do detector - 150°C;
- temperatura do injetor - 50°C;
- temperatura do forno - 50°C;
- gás de arraste - hidrogênio;
- corrente do detector - 180 mA (Nota 4).

8.2.5 Aguardar a estabilidade do cromatógrafo, que deve ser evidenciada por uma linha base estável nas condições da análise.

Nota 4: Deve ser utilizado o valor de corrente recomendado pelo fabricante do cromatógrafo.

8.3 Execução do Ensaio

8.3.1 Conectar o cilindro, contendo a amostra, à válvula de amostragem de gás do cromatógrafo (Notas 5 e 6).

8.3.2 Abrir lentamente a válvula do cilindro e purgar o tubo de amostragem a uma vazão de 5 a 10 ml/min, durante 1 a 2 minutos.