

MÉTODO DE ENSAIO PARA A DETERMINAÇÃO DE COMPONENTES SULFURADOS PRESENTES EM GASES DE REFINARIA POR CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA

Método

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

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

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

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

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

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

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

Apresentação

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

MÉTODO DE ENSAIO PARA A DETERMINAÇÃO DE
COMPONENTES SULFURADOS PRESENTES EM GASES DE
REFINARIA POR CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o modo de se proceder à análise por cromatografia em fase gasosa dos compostos sulfurados, H_2S e SO_2 , presentes em gases de processamento das refinarias.

O método é aplicável à análise de quaisquer misturas gasosas contendo os citados gases sulfurados e hidrocarbonetos saturados e insaturados, desde que resguardados os limites de detecção do método.

Nota - Os hidrocarbonetos são determinados somente até três átomos de carbono, devendo ser utilizada uma outra coluna cromatográfica (N-1469 do Manual de Métodos de Análise da PETROBRAS) para completar a análise até os cinco átomos de carbono.

O vapor d'água contido no gás não interfere com a análise, embora não seja determinado.

2 RESUMO DO ENSAIO

A amostra é introduzida em uma coluna de cromatografia em fase gasosa, onde a separação dos seus constituintes é realizada principalmente por adsorção.

As substâncias eluídas da coluna são detectadas e registradas; constituindo o cromatograma da amostra. As concentrações dos componentes são calculadas medindo-se as áreas compreendidas pelos picos e multiplicando-as pelos respectivos fatores de correção para a resposta do detector.

3 APARELHAGEM

3.1 Cromatógrafo

Qualquer cromatógrafo disponível no comércio ou construído em laboratório, dotado de válvula de amostragem de gás e de detector de condutividade térmica, ou seja, termistor ou filamento, desde que a válvula de amostragem e a tubulação a partir da introdução da amostra sejam em aço inoxidável e que o detector possa ser usado com gases corrosivos.

3.2 Registrador

Qualquer registrador adequado para aparelho de cromatografia gasosa, operando dentro da faixa de 0 a 10 milivolts, com tempo de resposta para percorrer a escala inteira igual ou inferior a 2 segundos e ruído elétrico máximo de $\pm 0,3\%$ de toda a escala.

3.3 Tubos de alumínio ou aço inoxidável de 0,63 cm de diâmetro externo (1/4") ou de 0,32 cm de diâmetro externo (1/8")

3.4 Tubos de plástico de diâmetro e comprimento variáveis de acordo com a tubulação de entrada e saída da válvula de amostragem

Nota - Em se tratando de compostos sulfurados, devem ser evitadas ligações usando qualquer tipo de borracha.

3.5 Tubo de vidro de cerca de 10 cm de comprimento e de diâmetro compatível com o do tubo de plástico

4 MATERIAIS

4.1 Porapak Q, 150-200 mesh

4.2 Sílica gel, 28-60 mesh

Purificada por extração com tetracloreto de carbono, para eliminação de substâncias orgânicas, e por lavagem com ácido nítrico 1 N, para eliminação de substâncias inorgânicas. A sílica gel deve apresentar teste negativo para ferro, e ser isenta de umidade, por secagem a 100°C.

4.3 Hidrogênio eletrolítico, 99,99% de pureza, isento de umidade

4.4 Nitrogênio, isento de umidade

Nota - O hidrogênio e o nitrogênio devem ser filtrados através de sílica gel e peneiras moleculares para eliminar a umidade e impurezas usualmente encontradas nos gases comerciais.

4.5 Solução de hidróxido de sódio 20%

5 PREPARAÇÃO DA APARELHAGEM

5.1 Colunas

Cortar um tubo de aço inoxidável ou alumínio, de 2,45 m de comprimento e 0,63 cm de diâmetro externo ou 2,50 m de comprimento e 0,32 cm de diâmetro externo. Para eliminar substâncias ou detritos aderidos às paredes internas do tubo, lavá-lo sucessivamente com pentano, benzeno e mistura de álcool e éter. Secar usando ar comprimido filtrado isento de umidade. Colocar o tubo estirado em posição vertical, introduzir um tampão de lã de vidro na extremidade inferior e adaptar um funil na superior. Encher a coluna com o Porapak Q, vibrando-a durante esta operação, a fim de assegurar uma compactação uniforme. Quando faltar 35 cm para encher completamente o tubo de 0,63 cm de diâmetro externo, ou 40 cm para encher completamente o tubo de 0,32 cm de diâmetro externo, colocar um tampão de lã de vidro