

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁGUA E PRODUTOS DE PETRÓLEO COMO CONTAMINANTES EM ÁLCOOL COMBUSTÍVEL POR CROMATOGRAFIA

Método

CONTEC

Comissão de Normas

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

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:

Recomendada].

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

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

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

Apresentação

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

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁGUA E
PRODUTOS DE PETRÓLEO COMO CONTAMINANTES EM
ÁLCOOL COMBUSTÍVEL POR CROMATOGRRAFIA
(método)

1 OBJETIVO

Esta Norma fixa o procedimento para determinação, por cromatografia com fase gasosa, do teor de água, gasolina, querosene ou óleo diesel, presentes no álcool etílico combustível. Aplica-se a qualquer amostra, desde que seja homogênea e estável à temperatura ambiente e não esteja contaminada por mais do que um dos produtos de petróleo indicados.

2 NORMA A CONSULTAR

Da PETROBRAS

N-1898 - Identificação da Contaminação de Álcool Etílico Combustível por Gasolina, Querosene ou Diesel.

3 RESUMO

Verificada a fração de petróleo que está contaminando o álcool etílico, através da **N-1898**, a amostra é introduzida, numa coluna cromatográfica, contendo polímeros porosos como fase estacionária, onde a separação dos constituintes é realizada por partição e absorção associadas. Após a eluição dos picos de água e etanol, faz-se uma reversão do fluxo na coluna cromatográfica para que todos

os hidrocarbonetos sejam eluidos em conjunto.

As áreas medidas dos picos são correlacionadas com as concentrações respectivas através dos fatores de resposta do detetor.

4 APARELHAGEM

4.1 Cromatógrafo

Qualquer cromatógrafo dotado de detetor de condutividade térmica e de válvula da reversão de fluxo.

4.2 Registrador

Qualquer registrador potenciométrico apropriado para cromatógrafo de gás com faixa de operação de 0-5 mv, dotado ou não de sistema de integração.

4.3 Balança analítica com precisão da 0,1 mg.

5 REAGENTES

5.1 Porapak S, 80/100 mesh.

Nota: Outros polímeros porosos podem ser utilizados, tais como Porapak P ou Q e Chromosorb 102 desde que se obtenha uma separação adequada para os componentes de interesse.

5.2 Tudo de cobre ou aço inoxidável de 0,32 cm (1/8") de diâmetro externo.

5.3 Gás Hélio ou Hidrogênio, com 99,9 % de pureza.

5.4 Álcool etílico anidro, com 99,9 % de pureza.

5.5 Éter de petróleo.

5.6 Benzeno

6 EXECUÇÃO

6.1 Preparo da Coluna de Porapak (Ver Anexo I)

Cortar um tubo de cobre ou aço inoxidável de 3 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 éter de petróleo, benzeno e mistura de álcool e éter. Secá-lo com ar comprimido filtrado e introduzir um tampão de lã de vidro numa das extremidades do tubo. Enrolar o tubo de acordo com a geometria do compartimento de colunas do cromatógrafo a ser empregado, procurando adotar o maior raio possível e evitando que o diâmetro do tubo seja deformado. Adaptar a extremidade do tubo bloqueado pela lã de vidro a uma linha de vácuo através de um Kitasato e a outra a um funil, conforme mostrado na figura. Encher a coluna com o Porapak S, vertendo-o através de funil e vibrando o tubo durante esta operação, de modo a assegurar uma compactação uniforme.

Quando a coluna estiver cheia, o que pode ser observado pelo nível do recheio na haste do funil, deixá-la sob vácuo durante alguns minutos e verificar se este se altera. Em caso afirmativo, acrescentar mais Porapak S, repetindo esta operação, tantas vezes quantas forem necessárias, até que a altura do recheio permaneça constante sob ação do vácuo. Desligar o vácuo, destacar a coluna do funil e ajustar nesta extremidade um tampão de lã de vidro.

6.2 Condicionamento da Coluna

Instalar a coluna no cromatógrafo, deixando desligada a extremidade que vai ao detetor, a fim de evitar sua contaminação durante o período de condicionamento da coluna.

Usando nitrogênio como gás de arraste, ajustar a vazão para 10 ml/min. e programar a temperatura da coluna à velocidade de 1°C/min., desde a temperatura ambiente até 220° C, mantendo a coluna nesta temperatura num tempo mínimo de 6 horas.