

DETERMINAÇÃO DE ASFALTENOS EM PETRÓLEO E SEUS PRODUTOS POR PRECIPITAÇÃO COM N-HEPTANO

Método

Esta Norma substitui e cancela a sua revisão anterior.

Toda esta Norma foi alterada em relação à revisão anterior.

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-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."

CONTEC
Comissão de Normas
Técnicas

SC – 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

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.

PÁGINA EM BRANCO

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método para determinar o teor de asfaltenos em petróleo e seus produtos.

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

1.3 O descarte de produtos de laboratório deve seguir a legislação ambiental vigente e a norma PETROBRAS [N-2350](#).

1.4 Esta Norma se aplica aos ensaios realizados a partir de sua edição.

1.5 Esta Norma contém Requisitos Mandatórios e Práticas Recomendadas.

2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Os documentos relacionados a seguir são citados no texto e contêm prescrições válidas para a presente Norma.

PETROBRAS N-1970	- Avaliação Simplificada de Petróleo;
PETROBRAS N-2350	- Classificação, Armazenamento Temporário, Transporte, Tratamento e Disposição de Resíduos Comerciais e Industriais;
PETROBRAS N-2499	- Desidratação de Petróleo por Destilação;
ASTM D 86-96	- Test Method for Distillation of Petroleum Products;
ASTM D 4057	- Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products;
ASTM D 4177	- Standard Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products;
ASTM E133	- Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure;
IP 143/96	- Determination of Asphaltenes (Heptane Insolubles) in Crude Petroleum and Petroleum Products;
ACS - American Chemical Society Specification - Committee on Analytical Reagents.	

3 CAMPO DE APLICAÇÃO

3.1 Esta Norma é aplicável a petróleo e derivados tais como gasóleo, óleo diesel, óleo combustível, óleo lubrificante não aditivado e betume com teores de asfaltenos entre 0,50 % a 30,0 %.

3.2 Esta Norma também é aplicada a petróleos que tenham sido destilados até 260 °C e analisado o resíduo de destilação.

4 RESUMO

A amostra é tratada com n-heptano e o material insolúvel, constituído de asfaltenos, substâncias parafínicas e resinas, é separado por filtração. O material insolúvel é submetido a extração por refluxo a quente, com n-heptano que solubiliza as parafinas e resinas. Os asfaltenos insolúveis retidos no filtro são solubilizados em tolueno a quente, e determinados após a evaporação do solvente.

5 DEFINIÇÕES

Para os propósitos desta Norma são adotadas as definições dos itens 5.1 e 5.2

5.1 Asfaltenos

São constituintes do petróleo e seus produtos, de massa molecular elevada e cor escura. A composição dos asfaltenos depende do n-alcano, (de baixa massa molecular), utilizado para a precipitação, e da relação do volume do solvente por massa de amostra.

5.2 Teor de Asfaltenos

A seguinte definição se aplica a esta Norma: É a percentagem, em massa, de material livre de parafinas e resinas, insolúvel em n-heptano e solúvel em tolueno a quente, presente no petróleo e seus produtos.

6 APARELHAGEM E MATERIAIS

Toda a vidraria deve ser rigorosamente limpa e seca. Caso necessário, utilizar solução oxidante para eliminar qualquer resíduo persistente.

6.1 Balança Analítica.

6.2 Dessecador sem agente dessecante.

6.3 Placa de aquecimento.

6.4 Estufa.

6.5 Proveta de 100 mL.

6.6 Béquer com capacidade de 100 mL ou 250 mL.

6.7 Funil de vidro.

6.8 Papel de filtro com porosidade de 2,5 µm e de diâmetro 11 cm ou 12,5 cm.

6.9 Condensador tipo “Friedrich” ou Espiral com, no mínimo, 300 mm de comprimento (ou modelo de eficiência equivalente).

6.10 Extrator

É recomendado a utilização do extrator representado no ANEXO C. Outras dimensões podem ser utilizadas, desde que seja comprovada a equivalência na precisão do ensaio.

6.11 Erlenmeyers ou balões de fundo chato com capacidade de 100 mL , 250 mL, 500 mL e 1000mL com junta esmerilhada.

Nota: A capacidade do Erlenmeyer ou do balão deve ser selecionada de acordo com o volume de solvente a ser utilizado.

7 REAGENTES, SOLVENTES E SOLUÇÕES

Todos os reagentes devem ser grau P.A. equivalente a especificação ACS.

7.1 N-heptano.

7.2 Tolueno.

7.3 Nitrogênio.

8 AMOSTRAGEM

8.1 É recomendado que a amostragem seja feita de acordo com a norma PETROBRAS [N-2489](#). Cabe ao laboratório homogeneizar a amostra.

8.2 A alíquota utilizada na execução do ensaio deve ser representativa da amostra.

9 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

9.1 Caso a amostra seja de petróleo, preparar um resíduo conforme o ANEXO A.

9.2 Para os demais tipos de amostra, proceder conforme item 11.

9.3 As amostras sólidas devem ser reduzidas a pó antes do ensaio.

10 PREPARAÇÃO DOS BÉQUERES

10.1 Secar por 30 minutos em estufa a 110 °C o béquer de amostra e o béquer de tara, previamente limpos.

10.2 Levar os béqueres à massa constante, com uma variação máxima de 0,2 mg.

10.3 Calcular a diferença numérica entre a massa dos dois béqueres, e denominá-la ΔB .

Nota: Recomenda-se que a limpeza do material seja realizada com solução fortemente oxidante, como por exemplo solução de persulfato de amônio em ácido sulfúrico com concentração de 8 g/ℓ.

11 EXECUÇÃO DO ENSAIO

11.1 Precipitação com N-heptano

11.1.1 Em Erlenmeyer ou balão previamente limpo, medir com precisão de 0,1 mg uma massa adequada de amostra conforme a TABELA 1.

11.1.2 Adicionar uma quantidade de n-heptano de acordo com a TABELA 1