

DETERMINAÇÃO DE TEOR DE C₃ E C₄ EM NAFTA LEVE POR CROMOTOGRAFIA

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.

DETERMINAÇÃO DE TEOR DE C₃ E C₄ EM NAFTA
LEVE POR CROMOTOGRAFIA
(método)

1 OBJETIVO

Esta Norma fixa o procedimento para determinação, por cromatografia com fase gasosa, do teor de C₃ e C₄ presentes em nafta leve.

2 RESUMO DO ENSAIO

A amostra é injetada em uma coluna cromatográfica, onde a separação é realizada por partição. As substâncias eluídas são detectadas e os sinais correspondentes registrados e integrados. Após a eluição do último pico, da faixa C₄, faz-se a reversão de fluxo na coluna para que todos os demais hidrocarbonetos sejam eluídos em conjunto. As concentrações, em percentual de volume líquido dos hidrocarbonetos integrantes das faixas C₃ e C₄, são obtidas multiplicando-se o percentual em massa de cada componente pela razão entre as densidades da amostra e a do componente.

3 APARELHAGEM

3.1 Cromatógrafo a Gás

Qualquer cromatógrafo a gás dotado de detector de ionização por chama de hidrogênio e válvula de reversão de fluxo.

3.2 Registrador

Qualquer registrador potenciométrico apropriado para com cromatógrafo a gás, com faixa de operação de 0-1 mV.

3.3 Integrador

Qualquer integrador eletromecânico ou eletrônico, analógico digital.

3.4 Microseringa

De 10 microlitros de capacidade, com agulha adequada para penetrar septos de borracha.

4 MATERIAIS E REAGENTES

Todos os gases devam ser de alta pureza e livres de contaminantes que afetem a estabilidade do detector cromatográfico.

4.1 Ar comprimido.

4.2 Hidrogênio.

4.3 Nitrogênio.

4.4 Recheio da coluna contendo 30 % em massa de silicone DC-200 sobre Chromosorb P, 60-80 mash (Ver Anexo I).

Nota - Outras fases estacionárias apolares podem ser utilizadas no preparo do recheio da coluna, tais como Apiezon L, OV-101 e SE-30, sendo que o percentual dessas fases deve ser tal que ofereça uma separação adequada para os componentes de interesse.

4.5 Tubo de Cobre ou Aço Inoxidável

De 0,32 cm (1/8") de diâmetro externo e 9,0 m de comprimento.

5 EXECUÇÃO

5.1 Preparo da Coluna

5.1.1 Cortar um tubo de cobre ou aço-inoxidável de 9,0 m de comprimento e 0,32 cm (1/8") de diâmetro externo. Para eliminar subs-

tâncias ou detritos aderidos às paredes internas do tubo, lavá-lo sucessivamente com benzeno e mistura de álcool e éter etílico. Secar com ar comprimido, isento de umidade, e introduzir um tampão de lã de vidro em uma 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 boqueado pela lã de vidro a uma linha de vácuo através de um Kitasato e a outra a um funil, conforme mostrado na figura do Anexo II. Encher a coluna com o recheio de silicone DC-200, vertendo-o através do funil e vibrando o tubo durante esta operação, de modo a assegurar uma compactação uniforme.

5.1.2 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 o nível se altera. Em caso afirmativo, acrescentar mais recheio, repetindo esta operação tantas vezes quantas foram 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.

5.2 Condicionamento da Coluna

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

5.2.2 Usando nitrogênio como gás de arraste, ajustar a vazão para 17 ml/min. e programar a temperatura até 200°C, mantendo a coluna nesta temperatura num tempo mínimo de 6 horas.

5.3 Ajuste das Condições de Análise

5.3.1 Terminado o período de condicionamento, deixar esfriar aparelhagem e ajustar as seguintes condições de análise:

- temperatura da coluna: 30°C;
- temperatura do injetor: 220°C;
- temperatura do detector: 220°C;
- gás de arraste: Nitrogênio;