

CONTEC - SC-20

Técnicas Analíticas de
Laboratório

**ANÁLISE AUTOMÁTICA DE
GÁS NATURAL POR
CROMATOGRAFIA GASOSA**

1ª Emenda

Esta é a 1ª Emenda da Norma PETROBRAS N-2287 REV. Ø, devendo ser grampeada na frente da Norma e se destina a modificar o seu texto nas partes indicadas a seguir.

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-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 no texto 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.

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, 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.

1ª Emenda

Substituir o item 5.3.3 e incluir os itens 5.3.3.1, 5.3.3.2, 5.3.3.3 e 5.3.3.4, como se segue:

5.3.3 Injeção da Amostra

Como a amostra de gás natural possui componentes mais pesados do que C₆, é recomendado aquecer tanto o cilindro como o sistema de introdução da amostra (válvulas e linhas de transferência), antes da injeção da amostra.

5.3.3.1 Cilindro da Amostra - Manter o cilindro da amostra na faixa de temperatura de 75±5°C por aproximadamente 24h e a válvula agulha do cilindro na faixa de temperatura de 90±5°C por pelo menos 1h antes de começar a introduzir a amostra.

5.3.3.2 Válvula de Amostragem - A válvula de amostragem deve ser aquecida através de algum dispositivo eletrônico. Caso isto não seja possível no cromatógrafo utilizado, pelo menos o loop deve ser aquecido através de fita de aquecimento elétrico.

5.3.3.3 Linhas de Transferências - Conectar o cilindro da amostra à válvula de amostragem do gás com um tubo de aço inoxidável de diâmetro interno variando entre 0,7 e 1mm. Manter o tubo na faixa de temperatura de 100±5°C usando uma fita de aquecimento elétrico.

5.3.3.4 Procedimento de Injeção - Abrir a válvula do cilindro e purgar o tubo de amostragem por tempo suficiente para enchê-lo totalmente. Injetar o gás natural no cromatógrafo, através da válvula de injeção da amostra acionada por intermédio do integrador por um programa de eventos (Anexo II Evento I).

ANÁLISE AUTOMÁTICA DE GÁS NATURAL POR CROMATOGRAFIA 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 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-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.

ANÁLISE AUTOMÁTICA DE GÁS NATURAL POR
CROMATOGRAFIA GASOSA
(método)

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação da gases inorgânicos (N_2 , O_2 , CO_2 e He) e hidrocarbonetos até C_{12} presentes em gás natural, por cromatografia gasosa.

2 RESUMO

Através, de uma única injeção é determinada a composição do gás natural, de hidrocarbonetos até C_{12} e componentes inorgânicos (N_2 , O_2 , CO_2 e He). Um sistema de válvulas acionadas automaticamente, faz com que o fluxo da amostra seja tal que os componentes são introduzidos em colunas de separação específicas. Assim sendo, hélio, oxigênio, nitrogênio e metano são analisados em uma coluna de peneira molecular; dióxido de carbono e etano em uma coluna de Porapak N; propano e hidrocarbonetos mais pesados são analisados em uma coluna capilar de sílica fundida, cuja fase é metil-silicone.

3 NORMA A CONSULTAR

Da ISO (International Organization for Standardization)

ISO 6975 - Natural Gas - Determination of Hydrocarbons from Butane (C_4) to Hexadecane (C_{16}) - Gas Chromatographic Method.

Propriedade da PETROBRAS

Palavras-chave: Gás -
Cromatografia -
Fase Gasosa.

4 APARELHAGEM

4.1 Cromatógrafo a gás dotado com detector de condutividade térmica e detector de ionização da chama, válvula de amostragem de gás e válvula de reversão de fluxo, cujos esquemas são mostrados no Anexo II.

4.2 Integrador eletrônico analógico digital.

5 EXECUÇÃO

5.1 Precauções de Segurança

Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes, materiais e equipamentos consultar os procedimentos de segurança estabelecidos no Anexo VI e manual de operação dos equipamentos.

5.2 Materiais, Reagentes e Soluções

Todos os reagentes mencionados devem ser grau pro-análise (p.a.)

5.2.1 Tubo de aço inoxidável com 3,2 mm (1/8") de diâmetro externo.

5.2.2 Tolueno. (Ver Anexo VI)

5.2.3 Mistura de álcool e éter etílico.

5.2.4 Peneira molecular 13X.

5.2.5 Lã de vidro. (Ver Anexo VI)

5.2.6 Porapak N.

5.2.7 Clorofôrmio. (Ver Anexo VI)

5.2.8 Silicone DC 200.

5.2.9 Coluna capilar de sílica fundida com fase estacionária de silicone 0V-101, com as seguintes dimensões: 50m x 0,2mm x 0,5 micrometros.

5.2.10 Nitrogênio, 99% min.

5.2.11 Hidrogênio, 99% min. (ver Anexo VI)

5.2.12 Ar sintético, 99% min.

5.2.13 Ar comprimido para acionamento das válvulas.

5.2.14 Filtro de linha, 1/3 de sílica gel e 2/3 de peneira molecular (Nota 1).

Nota 1: Recomenda-se o uso de filtro de linha de gases, com recheio de peneira molecular e sílica gel.

5.3 Procedimento

5.3.1 Preparo das colunas

O preparo das colunas utilizadas no método é descrito no Anexo I.

5.3.2 Condições a serem utilizadas

a) Colunas

Pressão na coluna capilar: 11 psig;
Gás de arrasta: hidrogênio;
Temperatura do forno: 110°C (isotérmica).

b) Detector de ionização de chama (DIC)

Vazão de hidrogênio: 30 mL/min.; (Nota 2)
Vazão de ar sintético: 400 mL/min.; (Nota 2)
Vazão de nitrogênio (make-up): 30 mL/min.;
Temperatura: 300°C.

c) Detector de condutividade térmica (DCT)

Gás de arraste: hidrogênio;
Vazão da coluna de referência: 30 mL/min.;
Vazão da coluna analítica: 30 mL/min.;
Temperatura: 250°C.

d) Purga do septo: 1 mL/min.

e) Vazão do split: 120 mL/min.

f) Temperatura dos injetores (para coluna recheada e capilar): 200°C.

g) Temperatura das válvulas: 130°C.

5.3.3 Injeção da amostra

Conectar o cilindro que contém a amostra à válvula de amostragem de gás do cromatógrafo (Nota 3). Abrir a válvula do cilindro e purgar o tubo de amostragem por tempo suficiente para enchê-lo totalmente. Injetar o gás natural no cromatógrafo, através da válvula de injeção de amostra acionada por intermédio de integrador por um programa de eventos (Anexo II Evento I).