

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

ELABORAÇÃO : **ALC**REVISÃO : **EFL**APROVAÇÃO: **GNS**

Assinatura:

PROCEDIMENTO : PN – PL 002
PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE
TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

Revisão	Data	N° de Páginas	Elaboração	Revisão	Aprovação
0	06/08/08	11	ALC	EFL	GNS
1	19/09/11	11	EFL	NAM	GNS

ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEO E GRAXAS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR

1. INTRODUÇÃO E DEFINIÇÃO

Um processo de produção de óleo gera diversos efluentes, dentre eles o de maior volume e controle é a água “Overboard” que, em suma, trata-se de uma mistura entre água de formação e água de injeção. Esta sempre contém óleo, sais, compostos químicos, sólidos e metais em solução. A água produzida é o produto primário para descarte, resultante principalmente da separação do óleo, gás e água de uma instalação de produção e, normalmente, sua qualidade (em termos de teor de óleos e graxas) é monitorada por meio da análise diária da concentração em ppm (partes por milhão).

Inúmeros métodos são utilizados como referência para esse tipo de análise (Gravimetria – EPA 1664, Absorção em Infravermelho – ASTM D7066 e Contagem Geral de Partículas, etc), porém são impeditivos em fatores como tempo e preço para a utilização destes.

A resolução CONAMA n° 393 de 08 de Agosto de 2008 atualiza as normas brasileiras a serem seguidas para descarte, são elas:

“Art 5° : O descarte de água produzida deverá obedecer à concentração média aritmética simples mensal de óleos e graxas de até 29mg/L, com valor máximo diário de 42mg/L”;

“Art 6° : A concentração de óleos e graxas a que se refere o art.5° desta Resolução deverá ser determinada pelo método gravimétrico;

§ 1º O órgão ambiental poderá aceitar outras metodologias de análise, desde que apresentem correlação estatisticamente significativa com o método gravimétrico”.

O teor de óleos e graxas é muitas vezes utilizado para se quantificar o rendimento de Equipamentos de Tratamento de Água e para avaliação de rendimento na quebra de emulsões de Óleo em Água.

Este documento contém o procedimento requerido para determinação de teor de óleos e graxas por Espectroscopia de Absorção Molecular. Esta análise indica a concentração de óleos e graxas contidos na água produzida pelo processo para posterior descarte ao meio ambiente.

2. ESCOPO :

2.1. As amostras deverão ser coletadas de acordo com o “Service Plan” proposto para o projeto. Em geral, utiliza-se amostrar nas linhas de saída de água dos separadores bem como à montante e jusante em equipamentos específicos de tratamento de água (Skim Vessel, Degasser, Hidrociclones, CPI, Flotation Cell, etc.) ;

2.2. Frequência de Análise recomendada : Segundo o acordado com Cliente no “Service Plan”;

2.3. Deverá se criar junto ao campo um plano de ação para amostragem de água overboard com o intuito de se quantificar o teor de óleos e graxas por gravimetria (EPA 1664) e subsequente comparação de resultados por Espectrofotometria de Absorção Molecular.

3. REFERÊNCIAS :

3.1. **PE-3ED-01388-F** “Determinação do teor de óleo e graxa por espectrofotometria de absorção molecular”;

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

3.2. Resolução **CONAMA n° 393/07** – “Dispõe sobre o descarte contínuo de água de processo ou de produção em plataformas marítimas de petróleo e gás natural, e dá outras providências”;

3.3. **EPA 1664** – “N-Hexane Extractable Material (HEM; Oiland Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGTHEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry”.

4. SEGURANÇA E MEIO AMBIENTE :

Para coleta e execução da análise, alguns cuidados deverão ser tomados:

É obrigatório o uso dos seguintes EPI's: capacete, óculos de segurança, protetor auricular, macacão, luvas apropriadas e botas. A análise deverá ser feita dentro da capela de exaustão, para que vapores e fumos não sejam liberados ao ambiente. Posicionar-se de modo que a circulação de ar arraste os vapores provenientes da amostragem em direção contrária ao amostrador. Os resíduos dessa análise deverão ser descartados em recipiente apropriado e enviado para empresa específica para correto descarte.

A leitura da Ficha de Informação de Segurança dos Produtos Químicos(MSDS) envolvidos é extremamente importante. Todas as MSDS devem estar disponíveis e atualizados no Laboratório, nos setores de Saúde à bordo e no Departamento de Produção.

Nota 1: Atentar para o alto grau de risco no contato com Clorofórmio (Organoclorado com altas possibilidades de efeitos cancerígenos).

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

Antes de iniciar a coleta da água, checar se existe algum trabalho ou algo que possa trazer risco, próximo à área de coleta. Caso positivo, comunicar ao CCR (Sala de controle) e cancelar a amostragem até que se elimine o fator de risco, como soldas, chamas etc. Prosseguir com a amostragem assim que a área estiver livre com os riscos controlados.

Qualquer dúvida sobre os itens de segurança deverá ser discutida com o Supervisor de Produção ou suporte SH&E Nalco.

5. EQUIPAMENTOS E REAGENTES UTILIZADOS:

5.1. Equipamentos:

- Frasco de vidro transparente com tampa(120mL);
- Funil de separação;
- Balão volumétrico de fundo chato com certificado de calibração rastreável à RBC (100,00mL / 50,00mL);
- Papel de filtro whatmam;
- Funil de vidro haste longa;
- Proveta graduada (1000mL);
- Espectrofotômetro;
- Cubeta;
- Pissetes;
- Suporte universal;
- Garras

Nota 2: Para envio de amostras On-Shore, os materiais são: Frasco de vidro âmbar com tampa e batoque com 1000mL de capacidade contendo HCl para preservação, caixa de isopor, etiquetas para frascos, gelo para preservar a amostra e sacos plásticos

5.2. Reagentes:

- Clorofórmio PA.
- Sulfato de Sódio PA.

6. PROCEDIMENTO:

6.1. Fazer a coleta de amostra (Pelo menos 100mL) no devido ponto de amostragem, tomando o cuidado de drenar até verificar aumento de temperatura na linha;

6.2. Levar a amostra ao laboratório e, dentro da capela de exaustão transferir todo conteúdo do frasco de amostra para o funil de separação;

6.3. Lavar o frasco amostrador com um pouco de clorofórmio, transferindo em seguida o conteúdo da lavagem para o funil de separação que contém a amostra. Repetir a lavagem até que o frasco esteja completamente limpo;

6.4. Fechar o funil e agitar a amostra com cuidado, abrindo sempre o mesmo para eliminar os vapores;

6.5. Deixar em repouso por alguns segundos até que ocorra a separação da fase clorofórmio/água;

6.6. Preparar funil de vidro com papel de filtro contendo sulfato de sódio PA para retenção de umidade (Obs.: Adicionar o equivalente a 2/3 do volume do funil em massa de sulfato de sódio);

6.7. Drenar a fase clorofórmio/óleo para o balão de fundo chato (100,00mL/50,00mL), através do funil de haste longa. Repetir a lavagem da amostra por pelo menos 3 vezes consecutivas (Recomenda-se dividir o volume em pequenas porções. Por exemplo 40ml, 30mL e 30mL), até garantir que a mesma esteja isenta de óleo;

6.8. Lavar o papel de filtro com clorofórmio. Completar o volume do balão até a marca de 100,00mL/50,00mL com clorofórmio e homogeneizar a mesma.

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

6.9. Zerar o espectrofotômetro com clorofórmio limpo (É muito importante utilizar a mesma cubeta para todos os “brancos” e sempre manter clorofórmio novo para cada análise). Transferir a amostra do balão volumétrico para a cubeta e realizar a leitura da concentração no espectrofotometro onde está inserida a curva de calibração a um comprimento de onda de 340nm e anotar o resultado.

6.10. Transferir a amostra de água do funil de separação para uma proveta graduada (1000mL), anotar o volume para cálculo posterior.

Nota 3: Nas amostras enviadas ao laboratório onshore, programar transporte aéreo com antecedência junto ao responsável. Preparar material para coleta e preservação das amostras. Limpar a linha de amostragem externamente e purgá-la por no mínimo 2 minutos. Fechar a válvula e colocar a extremidade da linha no interior do frasco de vidro, preparado para amostragem. Encher o frasco completamente da garrafa de vidro de cor âmbar. Fechar frasco garantindo perfeita vedação (verificar vazamentos);

As Amostras enviadas ao laboratório onshore, devem ser acondicionadas em caixa térmica, identificadas, embaladas em sacos plásticos, e devem estar envoltas em gelo/gelox para desembarque da mesma. As amostras devem estar com o pH < 2 (O pH 2,0 na amostra garante uma totalidade da extração de todos os compostos orgânicos da solução).

7. Cálculos:

$$\text{mg/L de óleo} = \frac{\text{Leitura} \times \text{Volume do Balão Volumétrico (mL)}}{\text{Volume da amostra do funil de separação (mL)}}$$

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

Nota 4: Caso a leitura da amostra em espectrofotômetro esteja fora da faixa de leitura, providenciar diluição da mesma e multiplicar posteriormente pelo fator de diluição.

8. DISPOSIÇÃO DOS RESÍDUOS/LIMPEZA DE MATERIAL:

O clorofórmio não possui legislação própria para descarte em drenos abertos, sendo obrigatória a incineração do mesmo.

Limpar as vidrarias com água e detergente apropriado. Rinsar com água destilada e secar em estufa.

9. CALIBRAÇÃO :

Plano de Calibração:

<i>Equipamento</i>	<i>Frequência</i>	<i>Empresa Responsável</i>
Espectrofotômetro	Anual	Fabricante
Curva de Calibração	Semestral	Laboratório (Anexo 1)

ANEXO 1: MÉTODO DE PREPARO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO

OBJETIVO:

Preparar curva de calibração que será posteriormente utilizada na Análise de “Oil in Water” em plataforma off-shore, seguindo procedimentos padrões.

EQUIPAMENTOS/VIDRARIAS

1. Espectrofotômetro (Especificar modelo);
2. Cubeta de Quartzo 1cm;
3. Pipetas Volumétricas de: 1,00mL, 2,00mL, 5,00mL, 10,00 mL, 20,00mL e 50,00mL – Todas com Certificado de Calibração rastreável à RBC;
4. Pró-Pipete;
5. Balão Volumétrico de 1000,00mL e 200,00mL e 100,00mL rastreáveis à RBC;

REAGENTES

1. Clorofórmio P.A;
2. Padrão de Óleo - Óleo de Exportação da unidade contendo mínimo de água possível).

PROCEDIMENTO:

1. Determinar a densidade da Amostra de Óleo na temperatura do Laboratório usando método padrão ASTM D-1298;
2. Pipetar 1,00 mL da amostra de óleo para um balão de 1000,00mL;
3. Completar o balão com Clorofórmio;
4. Fechar e Agitar. Essa solução terá a concentração de 1000ppmv;
5. Pipetar 20,00mL da solução de 1000 ppmv para um balão de 200,00mL;
6. Essa solução terá a concentração de 100 ppmv;
7. Pipetar da Solução de 100 ppmv os seguintes volumes: 1,00mL, 2,00 mL, 5,00mL, 10,00mL, 20,00mL e 50,00mL em Balão de 100,00mL;
8. Avolumar cada balão para 100,00mL com Clorofórmio;
9. As concentrações das soluções-padrão que teremos serão: 1ppmv, 2ppmv, 5ppmv, 10ppmv, 20ppmv, 50ppmv e 100ppmv;
10. Multiplicando as concentrações em “ppmv” pela densidade e Concentração do óleo encontrada, encontra-se a concentração em “mg/L”.
11. Plotar Gráfico, utilizando a Concentração (mg/L) no eixo “Y” e a Absorbância a 340nm no eixo “X”; O Gráfico apresentará a forma abaixo representada na **figura 1**

Procedimento : PN – PL002 PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS

12. Adicionar linha de tendência para Equação do 1º Grau do tipo $Y = bx$ (intersecção com a origem 0,0);
13. A Equação será considerada aceitável quando o R^2 for maior ou igual a 0,99;
14. Adicionar as leituras no Espectrofotômetro ou inserir Equação da Reto diretamente ao equipamento;

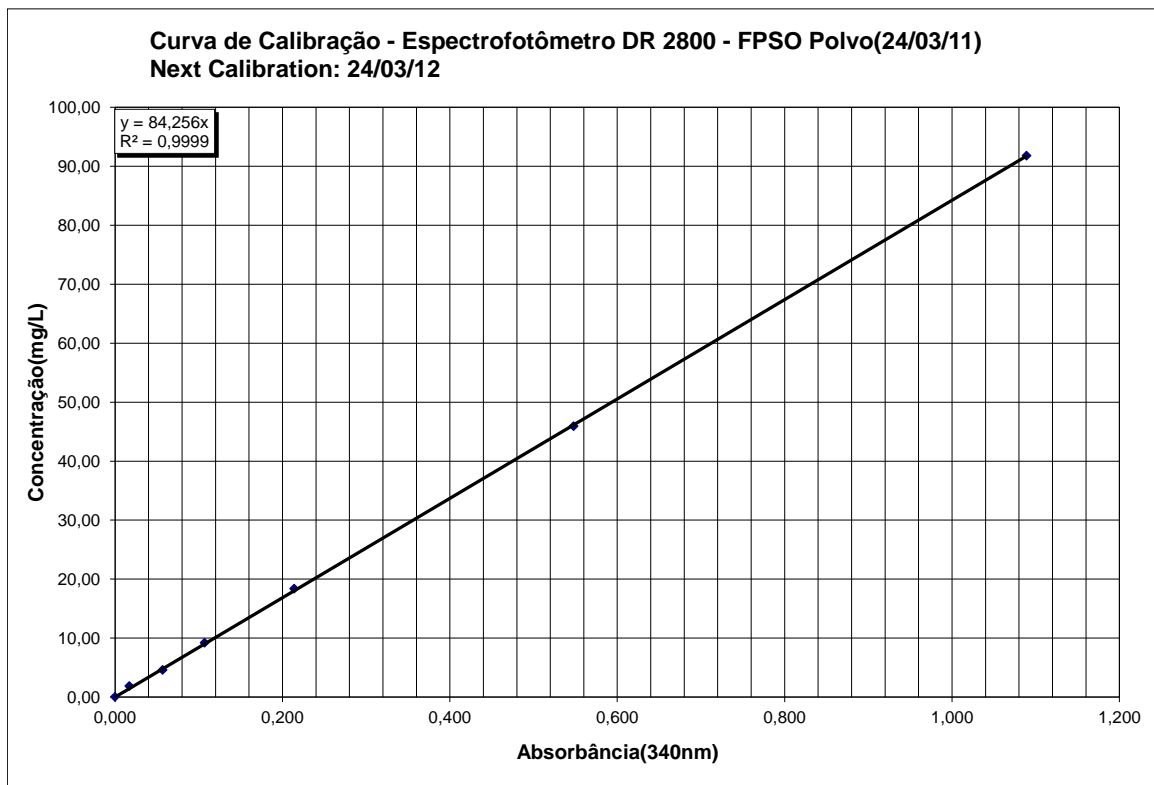


Figura 1: Curva de Calibração para Espectrofotômetro Hach $\lambda = 340\text{nm}$