

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001			
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 1 de 8			
	PROGRAMA: -					
	ÁREA: -					
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ			
				PÚBLICO		
ÍNDICE DE REVISÕES						
REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS					
0	Revisão Original.					
A	No Anexo A, na seção “Informações das Análises”, no cruzamento da linha “Amina livre” com a coluna “Método analítico”, o método foi modificado de “ASTM E2076” para “ASTM D2076”					
B	Revisada a redação dos itens 3.3, 3.4 e 4. Substituído o Anexo A pelo item 7. Criado novo Anexo A com metodologia de ensaio.					
C	Alterada a redação do item 4, em suas observações (*).					
D	Detalhamento dos ensaios de ecotoxicidade. Alteração da norma do teste de densidade. Correção da descrição da função nos itens 3.4 e 7.					
E	Revisão geral.					
F	Atualização do formulário da ET segundo norma PETROBRAS N-0381 rev. M. Revisão do item 3.1: removido Boletim Técnico.					
	REV. 0	REV. F	REV. B	REV. C	REV. D	REV. E
DATA	03/10/2010	15/02/2024	22/05/2013	20/06/2014	05/06/2018	21/11/2019
EXECUÇÃO	ARY BUZATTO	BE3W, M300	ARY BUZATTO	ARY BUZATTO	JUSSARA DE MELLO	B97J
VERIFICAÇÃO	JULIANA BERTELLI	EK6A	IRIS MEDEIROS	IRIS MEDEIROS	MARIANA	EK6A
APROVAÇÃO	GIOVANI NUNES	CJCL	GIOVANI NUNES	GIOVANI NUNES	DEBORA GEMELLI	CJCL
DE ACORDO COM A DI-1PBR-00337, AS INFORMAÇÕES DESTE DOCUMENTO SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.						
FORMULÁRIO PADRONIZADO PELA NORMA PETROBRAS N-381-REV.M.						

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 2 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
PÚBLICO				

1. ESCOPO

Esta especificação técnica fixa as características exigíveis para a qualificação e aceitação de **CLORETO DE ALQUIL (C₁₂-C₁₄) DIMETIL BENZIL AMÔNIO**, usado como biocida no sistema de injeção de água do mar e de água produzida, no processamento primário de petróleo.

Esta especificação técnica é válida a partir da data de sua edição.

Esta especificação contém requisitos técnicos e práticas recomendadas.

2. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

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

ABNT NBR 5764	Amostragem de Produtos Químicos Industriais Líquidos de Uma Só Fase;
ABNT NBR 7500	Identificação para o Transporte Terrestre, Manuseio, Movimentação e Armazenamento de Produtos;
ABNT NBR 7503	Ficha de Emergência e Envelope para o Transporte Terrestre de Produtos Perigosos - Características, Dimensões e Preenchimento;
ABNT NBR 14725	Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos – FISPQ;
ABNT NBR 15308	Toxicidade aguda - Método de ensaio com misídeos (<i>Crustacea</i>);
ABNT NBR 15350	Toxicidade crônica de curta duração – Método de ensaio com ouriço-do-mar (<i>Echinodermata: Echinoidea</i>);
ABNT NBR 15469	Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras;
ASTM D2076	<i>Standard Test Method for Acid Value and Amine Value of Fatty Quaternary Ammonium Chlorides;</i>
ASTM D4052	<i>Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter;</i>
ASTM D5806	<i>Standard Test Method for Disinfectant Quaternary Ammonium Salts by Potentiometric Titration;</i>
ASTM E70	<i>Standard Test Method for pH of Aqueous Solutions with the Glass Electrode;</i>
OECD 107	<i>OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (n-octanol/water): Shake Flask Method;</i>
OECD 117	<i>OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (n-octanol/water), HPLC Method;</i>
OECD 123	<i>OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (1-Octanol/Water): Slow-Stirring Method;</i>
OECD 306	<i>OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. Biodegradability in Seawater.</i>

Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes dos referidos documentos (incluindo emendas).

PÚBLICA

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 3 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	PÚBLICO

3. CONDIÇÕES GERAIS

3.1. Documentos

O fornecedor deve apresentar os seguintes documentos do produto conforme definido na oportunidade:

- Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 14725;
- Ficha de Emergência, em português, em acordo com a norma ABNT NBR 7503;
- Laudo de análise assinado por técnico credenciado junto ao Conselho Regional de Química (CRQ), conforme legislação vigente, constando todos os resultados dos ensaios prescritos no item 4 conforme metodologias indicadas;
- Laudos das análises de ecotoxicidade em português conforme normas ABNT NBR 15308 (aguda) e ABNT NBR 15350 (crônica). Para o ensaio agudo, usar como organismo teste o *Mysidopsis juniae*. Para o ensaio crônico de curta duração, adotar como organismo teste o ouriço-do-mar, e para os demais ensaios, usar *Echinometra lucunter* no lugar do *Lytechinus variegatus* pois este último encontra-se inserido na lista de espécies ameaçadas de extinção do Ministério do Meio Ambiente – Portaria MMA 445/2014). No que concerne ao preparo da amostra para a realização do ensaio, deve-se atentar para o grau de solubilidade do produto em água, prazo de validade e condições de preservação e armazenamento da amostra em laboratório conforme especificação técnica do produto e da norma ABNT NBR 15469. Os ensaios deverão ser realizados usando como água de diluição água do mar sintética, com no mínimo 5 concentrações teste e mais um controle. Ensaio preliminar que indique uma concentração que não promove efeito e uma que promove o efeito sobre 100% dos organismos expostos deve ser realizado antes do teste definitivo para definição das concentrações que serão avaliadas. Todos os tratamentos deverão ser avaliados em triplicata (no mínimo) ou conforme a norma de ensaio específica (o que for mais restritivo);
- Laudo de biodegradabilidade em português do produto completo ou dos componentes orgânicos (laudo de cada componente orgânico ou laudo integrado de todos os componentes orgânicos) utilizando a metodologia OECD 306 (Teste Marinho), apresentando o valor exato do percentual de biodegradação em 28 dias. A apresentação do laudo analítico referente ao potencial de biodegradabilidade será dispensável quando o resultado deste ensaio estiver disponível na seção 12.2 da FISPQ do produto, com as metodologias aplicadas devidamente declaradas neste item e referenciadas na Seção 16;
- Laudo de potencial de bioacumulação em português utilizando metodologias de avaliação experimental ou de cálculo do coeficiente de partição octanol água usando metodologias da OECD (107,117,123). A apresentação do laudo analítico referente ao potencial de bioacumulação do produto será dispensável quando o resultado deste ensaio estiver disponível na seção 12.3 da FISPQ do produto, com as metodologias aplicadas devidamente declaradas neste item e referenciadas na Seção 16.

A apresentação dos laudos referentes aos itens d), e) e f) não exige a necessidade de fornecer as informações demandadas nas Seções do item 12.1 da FISPQ, incluindo todos os resultados disponíveis de ensaios de ecotoxicidade, biodegradabilidade e potencial de bioacumulação, realizados com outras metodologias de avaliação.

O fornecedor deve apresentar durante o suprimento do produto os seguintes documentos:

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 4 de 8
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)			GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ
PÚBLICO				

g. Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 14725;

h. Ficha de Emergência, em português, em acordo com a norma ABNT NBR 7503;

i. Certificado de análise assinado por técnico credenciado junto ao Conselho Regional de Química (CRQ), conforme legislação vigente, constando todos os resultados dos ensaios prescritos no item 4 conforme metodologias indicadas.

Essas informações deverão ser apresentadas para cada lote de produto entregue, exceto para análise de teor de sólidos (quando aplicável) que deve ser apresentada por embalagem.

3.2. Embalagem e Transporte

O produto deverá ser acondicionado e transportado em embalagens que garantam a sua perfeita preservação e que suportem os riscos inerentes ao transporte e manuseio, inclusive marítimo, se aplicável.

Requisitos adicionais de embalagem (capacidade, tipo, características etc.) e de transporte poderão ser definidos no processo de aquisição.

3.3. Identificação

Nas embalagens do produto deverão constar, no mínimo:

- Nome comercial do produto;
- Função: **BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO**;
- Nome do fabricante;
- Nome do fornecedor;
- Número de lote;
- Massa bruta (kg);
- Massa líquida (kg);
- Volume líquido (L ou m³), se aplicável;
- Data de fabricação;
- Data de validade;
- Advertência de riscos e perigos (Diamante de Hommel);
- Rotulagem de risco, conforme norma ABNT NBR 7500;
- Exigências de legislação específica, quando aplicável.

A função do produto deverá estar em destaque em relação às demais informações, devendo ter legibilidade suficiente em condições de baixa luminosidade e/ou à distância.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 5 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

4. CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

ENSAIO	MÉTODO	ESPECIFICAÇÃO	UNIDADE
Aspecto	Visual	Líquido, homogêneo, sem material em suspensão, depósitos ou sobrenadantes.	-
Cor	Visual	Incolor a levemente amarelada.	-
Densidade (20 °C / 4 °C)	ASTM D4052	0,98 ± 0,04	-
Teor de matéria ativa*	ASTM D5806	50,0 mínimo	% (m/m)
pH (10 % (v/v), 20 °C)	ASTM E70	7,0 ± 1,0	-
Amina livre	ASTM D2076	1,0 máximo	% (m/m)
Distribuição relativa de radicais N-alkil**			
C ₁₂	Cromatografia gasosa***	66,0 mínimo	%
C ₁₄		25,0 mínimo	%
Outros		2,0 máximo	%

* Utilizar como peso molecular médio o valor de 351,2 g/mol.

** Ensaio aplicável para avaliação preliminar (item 3.1).

*** Metodologia de ensaio definida no Anexo A.

5. ACEITAÇÃO

A PETROBRAS, para critérios de aceitação do lote durante o fornecimento, se reserva o direito de ensaiar o produto para verificação dos requisitos certificados.

6. REQUISITOS DO CERTIFICADO DE ANÁLISE DO PRODUTO FORNECIDO

O certificado de análise do produto entregue deverá conter as seguintes informações:

- Nome do fabricante;
- Número do certificado;
- Função: **BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO**;
- Marca comercial;
- Número do lote;
- Data de fabricação;
- Data de validade;
- Nome do técnico responsável;
- Número do CRQ do técnico responsável;
- Data de emissão do certificado;
- Coluna Ensaio com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
- Coluna Método com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
- Coluna Especificação com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
- Coluna Resultados com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 6 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
PÚBLICO				

- o) Coluna Unidade com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
- p) Endereço de e-mail e telefone para contato;
- q) Campo para observações que o emissor do laudo considerar relevantes.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 7 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	PÚBLICO

ANEXO A – METODOLOGIA DE ENSAIO

Avaliação de biocidas comerciais à base de sal quaternário de amônio (cloreto de benzolcônio) distribuição relativa de radicais n-álquil por cromatografia gasosa com detetor por ionização de chama

1.0 INTRODUÇÃO

Esta metodologia descreve as condições necessárias para os cálculos das proporções entre os radicais C₁₂, C₁₄ e C₁₆ de biocidas ou biodispersantes a base de quaternário de amônio através de cromatografia gasosa com detecção por ionização de chama.

2.0 DETERMINAÇÃO DOS RADICAIS C₁₂, C₁₄ E C₁₆

2.1 Preparo da amostra

Pesa-se 0,5 g de amostra em balão de 10 mL, adiciona-se 0,2 g de solução de hidróxido de sódio (50 % p NaOH/v H₂O), avoluma-se com solução de água/etanol (1:1). A solução está pronta para injeção no cromatógrafo.

2.2 Condição cromatográfica

Coluna: HP-5, 30 m, 0,33 mm (diâmetro interno) e 0,25 µm (espessura do filme) ou coluna similar;
 Gás de arraste: hélio, volume constante 1,0 mL / minuto;
 Injetor: 260 °C modo Split (1:50);
 Forno: 70 °C (0,0 min.) → (15 °C/min.); → 300 °C (15 min);
 Detetor: FID, 330 °C, hidrogênio 35 mL/min, ar sintético 350 mL/min, nitrogênio (make up) 10 mL/min.

3.0 RESULTADOS

3.1 Cálculos da porcentagem de C₁₂, C₁₄ e C₁₆

3.1.1 Somatório das áreas referentes as cadeias:

Total área C₁₂ = [C₁₂ alceno (TR = 7,0 min) + C₁₂ amina (TR = 10,1 min) + C₁₂ Benzil amina (TR = 15,7 min)]
 Total área C₁₄ = [C₁₄ alceno (TR = 9,0 min) + C₁₄ amina (TR = 11,9 min) + C₁₄ Benzil amina (TR = 17,4 min)]
 Total área C₁₆ = [C₁₆ alceno (TR = 10,9 min) + C₁₆ amina (TR = 13,5 min) + C₁₆ Benzil amina (TR = 18,9 min)]

3.1.2 Cálculo da área total somando as áreas 3.1.1:

Área total = C₁₂ + C₁₄ + C₁₆

3.1.3 Normalização e determinação da porcentagem de cada componente:

$C_{12} = C_{12} \times 100 / \text{Área total [item 3.1.2]}$
 $C_{14} = C_{14} \times 100 / \text{Área total [item 3.1.2]}$
 $C_{16} = C_{16} \times 100 / \text{Área total [item 3.1.2]}$

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-001	REV. F
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 8 de 8	
	TÍTULO: BIOCIDA À BASE DE SAL QUATERNÁRIO DE AMÔNIO (CLORETO DE BENZOLCÔNIO)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	PÚBLICO

3.1.4 Multiplicação de cada percentagem em 3.1.3 pelo respectivo fator de resposta:

Fator de resposta C_{12} = 1,00

Fator de resposta C_{14} = 0,92

Fator de resposta C_{16} = 0,86

3.1.5 Normalização para 100%:

$\%C_{12}$ normalizado = $\%C_{12}$ corrigido x 100 / Área total

$\%C_{14}$ normalizado = $\%C_{14}$ corrigido x 100 / Área total

$\%C_{16}$ normalizado = $\%C_{16}$ corrigido x 100 / Área total

3.2 Teor de ativo

Teor de ativo % = ($\%C_{12}$ normalizado + $\%C_{14}$ normalizado) x Teor de matéria ativa (ASTM D5806) / 100