

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052				
	CLIENTE: E&P					FOLHA: 1 de 25	
	PROGRAMA: -						
	ÁREA: -						
		TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO				GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
						PÚBLICO	
ÍNDICE DE REVISÕES							
REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS						
0	Revisão Original.						
H	Revisão geral na ordem numérica dos itens. Inclusão no item 4.1 (preparo da salmoura de teste) da conversão da concentração de ácidos orgânicos em acetato equivalente. Disponibilização de planilha com memória de cálculo para o preparo das salmouras (Anexo B). Revisão do texto no item 4.2 (ajuste de pH), no item 5.2 (critério de aprovação do teste de eficiência estática, no item 6.1 (Tabela III - Características do sistema PDC do teste de eficiência dinâmica) e no item 6.2 (compatibilidade dinâmica). Inclusão do método Hyamine (Anexo A) e possibilidade de método alternativo indicado pelo fornecedor para rastreamento do residual do inibidor de incrustação (item 7). Revisão do texto do critério de aprovação (item 9).						
J	Redução do volume de amostra do produto a ser entregue para teste pela Petrobras. Inclusão do item 4.1 com as informações mínimas do cenário. Revisão geral do texto de preparo e ajuste do pH das salmouras com destaque para a inclusão da água de ânions sem bicarbonato (itens 4.2 e 4.3). Revisão do texto e do critério de aceitação do teste de compatibilidade estática. Inclusão da solução estabilizadora de aminotris e da água de ânions sem bicarbonato no teste de eficiência estática. Revisão do texto do teste de eficiência dinâmica com a inclusão das instruções de uso das equações de 10 a 13 e de limpeza do sistema após cada ensaio. Melhoria no texto do teste de compatibilidade dinâmica. Eliminação da opção de indicação de método analítico para demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor. Revisão geral no capítulo de Apresentação dos Resultados com destaque para a inclusão de registro fotográfico do produto e gráfico da eficiência dinâmica com escala de 0,5 psi no eixo y. Melhoria no texto do capítulo do Critério de Aprovação. Revisão do arquivo eletrônico do Anexo B (Planilha de preparo de águas de cátions e ânions).						
K	Alteração do "Anexo B - Preparo de águas de cátions e ânions.xlsx".						
E	Alteração da tolerância de ajuste de pH no item 2.2. Revisão do item 5 para inclusão de opção de tempo de obtenção do branco, exclusão da nota 1, revisão da Tabela II e alteração do texto de ensaio opcional.						
	REV. 0	REV. F	REV. G	REV. H	REV. J	REV. K	
DATA	18/02/2020	13/04/2022	17/10/2022	24/08/2023	17/03/2025	29/05/2025	
EXECUÇÃO	B97J	BE3W	B97J	B97J, CTRV	B97J	M300	
VERIFICAÇÃO	EK6A	EK6A	BE3W	BD4G, BE3W	BE3W	B97J	
APROVAÇÃO	CJCL	CJCL	CJCL	CJCL	EK6A	EK6A	
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-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 2 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	PÚBLICO
SUMÁRIO			
1. Introdução.....3			
2. Referências normativas.....3			
3. Requisitos iniciais3			
4. Requisitos para qualificação do inibidor de inscrutação4			
4.1. Informações mínimas sobre o cenário da oportunidade4			
4.2. Preparo das salmouras.....5			
4.2.1. Água de cátions.....5			
4.2.2. Água de ânions5			
4.2.3. Água de ânions sem bicarbonato6			
4.2.4. Salmoura sem bicarbonato e sem sulfato6			
4.2.5. Considerações complementares sobre o preparo das salmouras.....6			
4.3. Ajuste do pH das salmouras7			
4.3.1. Ajuste do pH da água de cátions7			
4.3.2. Ajuste do pH da água de ânions7			
4.3.3. Ajuste do pH da água de ânions sem bicarbonato.....8			
4.3.4. Ajuste do pH da salmoura sem bicarbonato e sem sulfato.....8			
4.4. Testes estáticos.....8			
4.4.1. Compatibilidade estática.....8			
4.4.2. Eficiência estática.....9			
4.5. Testes dinâmicos..... 11			
4.5.1. Eficiência dinâmica 11			
4.5.2. Compatibilidade dinâmica..... 14			
4.6. Demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor..... 14			
5. Apresentação dos resultados 15			
5.1. Apresentação de registro fotográfico do produto 15			
5.2. Apresentação dos resultados de compatibilidade estática..... 15			
5.3. Apresentação dos resultados da eficiência estática 16			
5.4. Apresentação dos resultados dinâmicos 17			
5.5. Apresentação da demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor 18			
6. Critério de aprovação..... 19			
Anexo A - Método do Hyamine 1622 20			
Anexo B - Memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras..... 25			

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 3 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	PÚBLICO

1. INTRODUÇÃO

Este documento define os requisitos de qualificação de inibidor de incrustação para aplicação em sistemas de injeção química em unidades de produção com dosagem nas instalações de superfície e/ou nos poços produtores.

2. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

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

- ABNT NBR 14725: Produtos químicos - Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente - Aspectos gerais do Sistema Globalmente Harmonizado (GHS), classificação, FDS e rotulagem de produtos químicos;
- ISO 3696: *Water for analytical laboratory use - Specification and test methods*;
- ABNT NBR 7353: Soluções aquosas - Determinação do pH com eletrodos de vidro;
- ASTM D1293: *Standard Test Methods for pH of Water*;
- ASTM D1976: *Standard Test Method for Elements in Water by Inductively-Coupled Argon Plasma Atomic Emission Spectroscopy*;
- ASTM D4052: *Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter*;
- ASTM D7315: *Standard Test Method for Determination of Turbidity Above 1 Turbidity Unit (TU) in Static Mode*;
- ASTM E70: *Standard Test Method for pH of Aqueous Solutions with the Glass Electrode*;
- NR-26: Sinalização de segurança.

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

3. REQUISITOS INICIAIS

O fornecedor deve apresentar relatório de testes com o inibidor de incrustação de acordo com a metodologia descrita nessa especificação técnica. Além dessas informações, o relatório deve conter, no mínimo:

- Identificação do responsável técnico pela realização dos ensaios;
- Dados da instituição responsável pela execução dos ensaios;
- Data de emissão do relatório;
- Identificação do produto avaliado.

Caso haja necessidade de entrega de amostra do produto para realização de testes pela PETROBRAS, conforme oportunidade, os seguintes requisitos devem ser atendidos:

- Entregar 250 mL de amostra em recipiente compatível com o fluido, íntegro, sem vazamentos, estufamento ou qualquer tipo de degradação;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 4 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

- O rótulo do produto químico deve ser confeccionado em material que resista às condições normais de uso, transporte e armazenagem dentro do prazo de validade do produto;
- Todas as informações de segurança constantes no rótulo de produto químico comercializado no mercado nacional devem estar redigidas no idioma nacional;
- De acordo com a NR-26, a rotulagem de produto químico deve seguir a Norma ABNT NBR 14725;
- Incluir no rótulo do recipiente o número sequencial do cenário de pré-qualificação/licitação definido na oportunidade a que a amostra se relaciona;
- Providenciar a assinatura do protocolo de recebimento de amostras pelo responsável da PETROBRAS, coletando assinatura e a data da entrega;
- Entregar cópia da Ficha com Dados de Segurança (FDS), em conformidade com a Norma ABNT NBR 14725.

Após o recebimento, a amostra deverá ser verificada visualmente quanto à formação de borras, precipitados, turvação e separação de fases. Caso alguma dessas características seja identificada, o produto será reprovado.

4. REQUISITOS PARA QUALIFICAÇÃO DO INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO

A seguir são apresentados procedimentos de forma a orientar a realização dos ensaios de desempenho do inibidor de incrustação.

4.1. Informações mínimas sobre o cenário da oportunidade

A especificação técnica do cenário, conforme oportunidade, deve conter informações mínimas para a execução dos testes estáticos e dinâmicos, conforme a seguir:

- **Teste de compatibilidade estática:**
 - Composição da salmoura, em miligrama por litro (mg/L);
 - pH da salmoura sem bicarbonato e sulfato (item 4.3.4);
 - Temperatura do teste (≤ 90 °C);
 - Limite de dosagem do inibidor de incrustação, em miligrama por litro (mg/L).
- **Teste de eficiência estática:**
 - Composição da salmoura, em miligrama por litro (mg/L);
 - pH da água de ânions sem bicarbonato (4.3.3);
 - Necessidade ou não de ajuste do pH da água de cátions (item 4.3.1);
 - Temperatura do teste (≤ 90 °C);
 - Limite de dosagem do inibidor de incrustação, em miligrama por litro (mg/L).
- **Testes de eficiência e compatibilidade dinâmica:**
 - Composição da salmoura, em miligrama por litro (mg/L);
 - pH da água de ânions (item 4.3.2);
 - Necessidade ou não de ajuste do pH da água de cátions (item 4.3.1);
 - Temperatura do teste (°C);
 - Pressão do teste (psi ou bar);
 - Limite de dosagem do inibidor de incrustação para eficiência (MIC), em miligrama por litro (mg/L);
 - Limite de dosagem do inibidor de incrustação para compatibilidade (múltiplos da MIC até 10x).

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 5 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

A Tabela I resume as soluções aquosas que devem ser preparadas e os testes onde serão utilizadas.

Tabela I - Resumo da necessidade de soluções aquosas por tipo de teste.

TIPO DE TESTE	FLUIDO DE TESTE
Compatibilidade estática	Salmoura sem bicarbonato e sem sulfato
Eficiência estática	Água de cátions + Água de ânions sem bicarbonato
Eficiência dinâmica	Água de cátions + Água de ânions
Compatibilidade dinâmica	Água de cátions + Água de ânions

4.2. Preparo das salmouras

Definem-se as frações volumétricas das salmouras de cátions e ânions na mistura, ϕ_c e ϕ_A , respectivamente, com as equações 1 e 2.

$$\phi_c = \frac{\text{Volume da água de cátions}}{(\text{Volume da água de cátions} + \text{Volume da água de ânions})} \quad \text{Eq. (1)}$$

$$\phi_A = \frac{\text{Volume da água de ânions}}{(\text{Volume da água de cátions} + \text{Volume da água de ânions})} \quad \text{Eq. (2)}$$

Preparam-se as seguintes salmouras:

4.2.1. Água de cátions

Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L), substituir as concentrações dos ânions, com exceção do cloreto, por 0 mg/L e as concentrações dos cátions, com exceção do sódio, pelas calculadas com a equação 3.

$$\text{Concentração do cátion } i = \frac{\text{Concentração do cátion } i \text{ no Cenário}}{\phi_c} \quad \text{Eq. (3)}$$

4.2.2. Água de ânions

Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L), substituir as concentrações dos cátions, com exceção do sódio, por 0 mg/L e as concentrações dos ânions, com exceção do cloreto, pelas calculadas com a equação 4.

$$\text{Concentração do ânion } i = \frac{\text{Concentração do ânion } i \text{ no Cenário}}{\phi_A} \quad \text{Eq. (4)}$$

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 6 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

4.2.3. Água de ânions sem bicarbonato

Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L), substituir as concentrações de bicarbonato e dos cátions, com exceção do sódio, por 0 mg/L e as concentrações dos demais ânions, com exceção do cloreto, pelas calculadas com a equação 5.

$$\text{Concentração do ânion } i = \frac{\text{Concentração do ânion } i \text{ no Cenário}}{\phi_A} \quad \text{Eq. (5)}$$

4.2.4. Salmoura sem bicarbonato e sem sulfato

Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L), substituir as concentrações de bicarbonato e de sulfato, por 0 mg/L.

Os íons dos ácidos orgânicos – formiato (CHO_2^-); propionato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2^-$); butirato ($\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2^-$) e lactato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3^-$) – são convertidas em acetato (acetato equivalente – $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}$ utilizando a equação 6.

$$C_{\text{Acetato}*} = C_{\text{Acetato}} + \sum \left(\frac{C_{\text{Ácido orgânico "i"}}}{MM_{\text{Ácido orgânico "i}}} \times MM_{\text{Acetato}} \right) \quad \text{Eq. (6)}$$

Onde:

$C_{\text{Acetato}*}$ é a concentração de acetato equivalente após a conversão das demais espécies "i", expressa em miligrama por litro (mg/L);

C_{Acetato} é a concentração de acetato informada na salmoura do cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L);

$C_{\text{Ácido orgânico "i"}}$ é a concentração do ácido orgânico "i" informada na salmoura do cenário, expressa em miligrama por litro (mg/L);

$MM_{\text{Ácido orgânico "i"}}$ é a massa molar do ácido orgânico "i" (Tabela II), expressa em grama por mol (g/mol);

MM_{Acetato} é a massa molar do acetato (Tabela II), expressa em grama por mol (g/mol).

Tabela II - Massas molares dos ânions dos ácidos orgânicos.

ANALITO	MM (g/mol)
Acetato	59,04402
Formiato (CHO_2^-)	45,0169
Propionato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2^-$)	73,0705
Butirato ($\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2^-$)	87,0973
Lactato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3^-$)	89,0695

4.2.5. Considerações complementares sobre o preparo das salmouras

Todas as salmouras devem ser preparadas com água ultrapura tipo II ou superior, segundo a classificação da Norma ISO 3696 e, posteriormente, filtradas com membrana de acetato de celulose de 0,45 μm . O Anexo B (arquivo "Anexo B - Preparo de águas de cátions e ânions_ET-052 rev J.xlsx") apresenta uma

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 7 de 25
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO			GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ
PÚBLICO				

memória de cálculo para auxiliar no preparo das águas de cátions e ânions, partindo-se da composição da água do cenário.

A ordem de dissolução dos sais na água de cátions deve ser: NaCl, KCl, BaCl₂.2H₂O, SrCl₂.6H₂O, MgCl₂.6H₂O e CaCl₂.2H₂O. Para a água de ânions, deve-se adicionar primeiro o NaCl e os demais sais em qualquer ordem. Após cada sal adicionado é necessário aguardar a sua solubilização para adição do próximo sal.

Para o preparo da água de cátions e de ânions, o NaCl deve ser pesado diretamente no bécher que será usado para o preparo de cada solução. Após esta pesagem, adicionar um volume de água tipo II (ou superior) de aproximadamente 40 % do volume total de solução que será preparada e submeter a mistura a uma leve agitação em placa com agitação magnética (por exemplo, para preparar 5 litros de água de cátions, adicionar 2 litros de água tipo II ou superior à massa pesada de NaCl.

Após adição de todos os sais no preparo de cada água de cátions e de ânions, adicionar água tipo II (ou superior) sem completar o volume total que será preparado. Agitar a solução para promover a dissolução dos sais e transferir a solução para um balão volumétrico com capacidade da solução desejada, e avolumar com água tipo II ou superior.

Se a massa de algum sal estiver acima do seu limite de solubilidade, ajustar as frações volumétricas ϕ_c e ϕ_A (item 4.2) para atender aos critérios de solubilidade dos sais.

4.3. Ajuste do pH das salmouras

Filtrar as salmouras e ajustar o pH conforme descrito nos itens a seguir. O ajuste deve ser feito o mais próximo possível do início dos testes.

4.3.1. Ajuste do pH da água de cátions

Caso a especificação técnica do cenário não indique necessidade de ajuste desse pH, o pH da água de cátions (4.2.1) não é ajustado e deve estar entre 5 e 8. Caso o pH da água de cátions não esteja nessa faixa, a água deve ser descartada e nova água deve ser preparada.

Caso a especificação técnica do cenário indique a necessidade de ajuste do pH da água de cátions, borbulhar CO₂ até atingir o pH alvo, considerando uma tolerância de $\pm 0,05$.

Medir o pH da água de cátions e anotar o valor.

Nota 1: a necessidade de ajuste do pH da água de cátions é pertinente somente em cenários específicos, geralmente com alto teor de CO₂ no gás e baixo pH.

4.3.2. Ajuste do pH da água de ânions

O pH da água de ânions (4.2.2) deve ser ajustado para o valor definido na especificação técnica do cenário.

Caso o pH da água de ânions esteja abaixo do pH alvo, descartar essa água e preparar uma nova água, convertendo total ou parcialmente o sal bicarbonato em NaOH conforme equação 7.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 8 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
PÚBLICO				

A conversão de bicarbonato em NaOH deve ser feita utilizando a equação 7.

$$[\text{NaOH}] = [\text{bicarbonato}] \times 0,66 \quad \text{Eq. (7)}$$

Onde:

[NaOH] é a concentração de hidróxido de sódio, em miligrama por litro (mg/L);

[bicarbonato] é a concentração do íon bicarbonato, em miligrama por litro (mg/L).

Caso o pH da água de ânions esteja acima do pH alvo, borbulhar CO₂ até atingir o pH alvo. Considerar uma tolerância de ± 0,05 para essa medida de pH.

Medir o pH da água de ânions e anotar o valor.

4.3.3. Ajuste do pH da água de ânions sem bicarbonato

O pH da água de ânions sem bicarbonato (4.2.3) deve ser ajustado para o valor definido na especificação técnica do cenário, adicionando, se necessário, soluções de HCl 10 % volume e NaOH 100 g/L. Considerar uma tolerância de ± 0,05 para essa medida de pH.

4.3.4. Ajuste do pH da salmoura sem bicarbonato e sem sulfato

O pH da salmoura sem bicarbonato e sem sulfato (4.2.4) deve ser ajustado para o valor definido na especificação técnica do cenário, adicionando, se necessário, soluções de HCl 10 % volume e NaOH 100 g/L. Considerar uma tolerância de ± 0,05 para essa medida de pH.

4.4. Testes estáticos

Os testes estáticos descritos a seguir deverão ser realizados somente quando indicado na especificação técnica do cenário e para temperaturas inferiores ou iguais a 90 °C.

4.4.1. Compatibilidade estática

Nesse teste é usada a salmoura sem bicarbonato e sem sulfato, preparada em 4.2.4, com ajuste de pH conforme descrito em 4.3.4.

Esse procedimento deve ser realizado para cada concentração de inibidor de incrustação e condições de aplicação descritas na Tabela III, sendo que, tomando a Tabela III como referência, a máxima dosagem do teste deve ser aquela informada na especificação técnica do cenário.

A salmoura sem bicarbonato e sem sulfato e o inibidor de incrustação devem ser condicionados em frascos separados em estufa na temperatura de teste informada na especificação técnica do cenário, até o momento da mistura.

Adicionar ao frasco contendo a salmoura sem bicarbonato e sem sulfato um volume de inibidor de incrustação, de modo que a concentração final do produto seja a definida na Tabela III. Iniciar a cronometragem.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 9 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

Tabela III – Concentrações de inibidor de incrustação para avaliação da compatibilidade com a água sintética.

Concentração de inibidor de incrustação (mg/L)	Aplicação do produto em sistemas de superfície	Aplicação do produto em sistemas submarinos
0	X	X
10	X	
25	X	
50	X	
100	X	X
250	X	X
500	X	X
1.000	X	X
2.000	X	
2.500		X
5.000	X	X
10.000		X
20.000		X
50.000		X
100.000		X
200.000		X
300.000		X

Tirar foto de cada frasco contendo as misturas de inibidor de incrustação e salmoura e registrar a cor e o aspecto visual de cada solução, informando se está turva, límpida ou se houve formação de precipitados.

Acondicionar os frascos contendo as misturas de inibidor de incrustação e salmoura em estufa na temperatura de teste e repetir o registro da cor e o aspecto visual após 24 horas de teste.

Após o fim do ensaio com 24 horas de teste, aguardar resfriar até a temperatura ambiente, próxima de 25°C, e realizar a medida de pH final das soluções conforme a Norma ABNT NBR 7353, anotando o valor.

Para produtos com aplicação submarina, realizar também a medida de turbidez no tempo de 24 horas, seguindo a Norma ASTM D7315.

O fornecedor deve apresentar os resultados de seu produto em todas as concentrações solicitadas na Tabela III, conforme a aplicação informada no cenário da oportunidade. O produto será considerado aprovado em compatibilidade estática se, em todas as concentrações até o limite de dosagem informado no cenário, apresentar os seguintes resultados:

- Turbidez medida após 24h do início do teste inferior a 10 NTU (somente para produtos com aplicação submarina);
- Ausência de precipitado e sólidos sobrenadantes ou aderidos após 24h do início do teste.

4.4.2. Eficiência estática

Nesse teste são usadas a água de cátions (4.2.1) e a água de ânions sem bicarbonato (4.2.3), com ajuste de pH conforme descrito em 4.3.3. Realizar o ensaio, no mínimo, em triplicata.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 10 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

Preparar uma solução aquosa estabilizadora a partir de aminotris (ácido metilenofosfônico) (ATMP) P.A. a 200 mg/L utilizando água ultrapura tipo II ou superior.

Nos testes com inibidor de incrustação, adicionar o produto na água de ânions sem bicarbonato (4.3.3), A concentração do inibidor de incrustação na água de ânions é definida pela equação 8.

$$\text{Concentração do inibidor na água de ânions (mg/L)} = \frac{\text{Concentração definida pelo cenário (mg/L)}}{\Phi_A} \quad \text{Eq. (8)}$$

A água de cátions e a água de ânions devem ser condicionadas em frascos separados em estufa na temperatura de teste informada na especificação técnica do cenário.

Adicionar a água de cátions ao frasco contendo a água de ânions, agitar e iniciar a cronometragem.

Acondicionar os frascos contendo as misturas de água de cátions e de água de ânions em estufa na temperatura de teste.

Retirar alíquotas das soluções após 1h do início do ensaio e diluir com solução aquosa estabilizadora. A diluição depende da concentração dos íons que serão analisados.

Nota 2: somente para casos específicos, como aplicação em processos com tempo de residência superiores a 1h, outro tempo de ensaio pode ser definido pela Petrobras.

Após o fim do ensaio, aguardar resfriar até a temperatura ambiente, próxima de 25°C, e realizar a medida de pH final das soluções conforme a Norma ABNT NBR 7353, anotando o valor.

Quantificar os elementos bário e estrôncio nas soluções diluídas seguindo a Norma ASTM D1976.

A eficiência do inibidor de incrustação deve ser calculada a partir da concentração do cátion precipitante (bário ou estrôncio) na mistura, conforme a equação 9.

$$\text{Eficiência (\%)} = \frac{(C_a - C_b)}{(C_0 - C_b)} \times 100 \quad \text{Eq. (9)}$$

Onde:

C_a = concentração do cátion (média das replicatas) precipitante em solução após o ensaio com inibidor, em miligrama por litro (mg/L);

C_b = concentração do cátion (média das replicatas) precipitante em solução no ensaio em branco (sem inibidor), em miligrama por litro (mg/L);

C_0 = concentração do cátion (média das replicatas) precipitante na mistura, definido na especificação técnica do cenário, em miligrama por litro (mg/L).

O inibidor de incrustação será considerado aprovado em desempenho no teste de eficiência estática se obtiver no mínimo 90 % de eficiência, em dosagem menor ou igual à dosagem máxima informada no cenário. Se aprovado, anotar a concentração mínima de inibidor de incrustação definida pelo fornecedor e aprovada nesse teste.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 11 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

4.5. Testes dinâmicos

Os testes descritos a seguir devem ser realizados para todos os cenários de qualificação. O ensaio do item 4.5.2 (Compatibilidade dinâmica) pode ser dispensado nos cenários com temperaturas inferiores ou iguais a 90°C em que o ensaio do item 4.4.1 (Teste de compatibilidade estática) for realizado. Nesse caso, a dispensa do ensaio deverá ser informada na especificação técnica do cenário. Todos os ensaios deste item devem ser realizados pelo menos em duplicata.

4.5.1. Eficiência dinâmica

Nesse teste são usadas a água de cátions (4.2.1) e a água de ânions (4.2.2), com ajuste de pH conforme descrito em 4.3.1 e 4.3.2.

O ensaio deve ser realizado em um equipamento de sistema de teste de precipitação dinâmica em capilar (PDC), cujo esquema simplificado de funcionamento é apresentado na Figura 1.

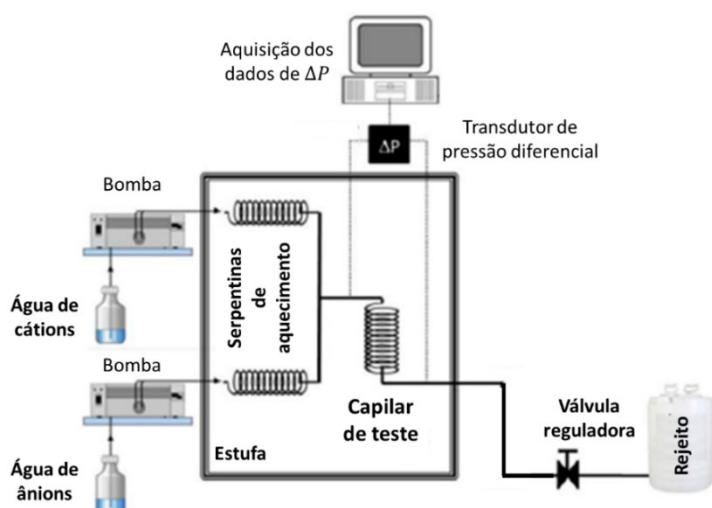


Figura 1- Esquema simplificado do equipamento de Precipitação Dinâmica em Capilar, para avaliação da eficiência de inibidores de incrustação.

A Tabela IV apresenta as condições operacionais utilizadas no teste de eficiência dinâmica no PDC.

Tabela IV - Condições operacionais do sistema de teste PDC para o ensaio de eficiência dinâmica de inibidores de incrustação.

PARÂMETRO	ESPECIFICAÇÃO
Vazão da água de cátions	($\phi_C \times 10$) mL/min
Vazão da água de ânions	($\phi_A \times 10$) mL/min
Diâmetro externo da serpentina de aquecimento	1/8 polegada
Comprimento da serpentina de aquecimento	6,0 m
Diâmetro externo do capilar de teste*	1/16 polegada
Diâmetro interno do capilar de teste*	0,020 polegada (0,508 mm)
Comprimento do capilar de teste*	1,0 m
Material (serpentina e capilar)	Aço inox 316 ou superior

* Capilar de teste tipo cromatográfico com diâmetro interno uniforme, corte via processo eletrolítico de precisão e analiticamente limpo.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 12 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

Condicionar o equipamento na temperatura e pressão definida na especificação técnica do cenário com água destilada.

Realizar um teste sem o inibidor de incrustação (teste em branco) e com inibidor de incrustação. O teste é realizado por meio do registro do diferencial de pressão entre a entrada e a saída do capilar. Também é medido o pH da água de ânions a cada 15 min ao longo do teste. O valor medido deve ser igual ao pH anotado no item 4.3.2, com uma tolerância de $\pm 0,05$. Caso o pH medido esteja fora da tolerância, repetir o ensaio.

A Figura 2 ilustra uma curva típica de resultado em branco de eficiência dinâmica, com detalhes do tempo de precipitação, linhas base da água destilada e da mistura das salmouras e o incremento de pressão.

No ensaio em branco, o diferencial de pressão entre a entrada e a saída do capilar deve ser monitorado e registrado. Após a identificação da mistura das águas no interior do capilar deve-se registrar o diferencial de pressão estabelecendo-se assim uma linha base de mistura (a). Um acréscimo no diferencial de pressão de 5 psi em relação à linha base de mistura indica a precipitação de incrustação (b). O tempo de ensaio entre a mistura das águas no interior do capilar e esse incremento de diferencial de pressão (c) define o tempo de branco.

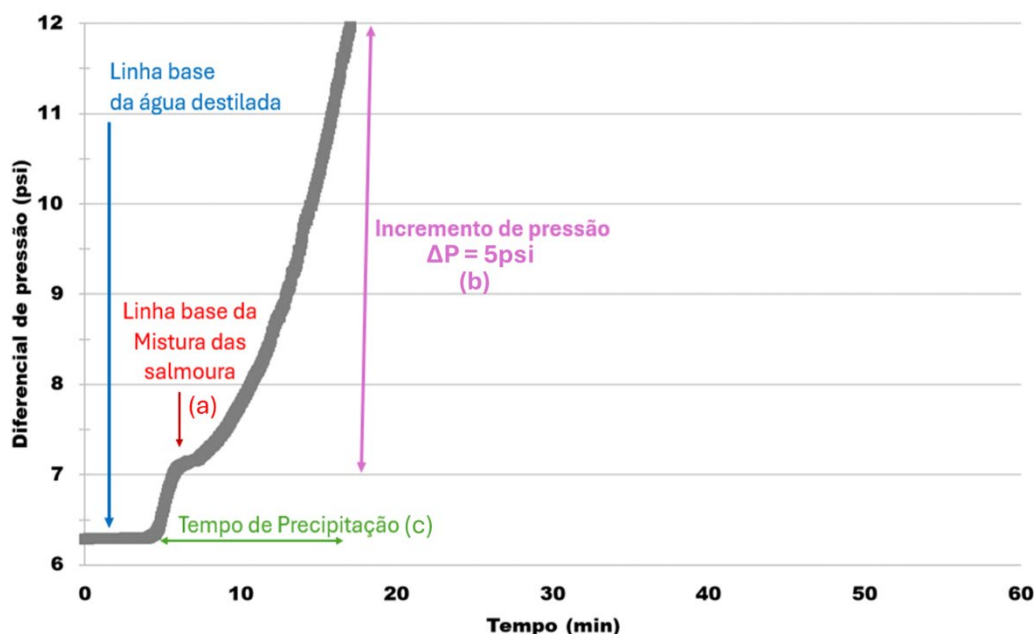


Figura 2- Exemplo de um resultado típico de teste de eficiência dinâmica para o ensaio em branco, com tempo de precipitação de aproximadamente 12 minutos.

Nos ensaios com inibidor de incrustação, o produto deve ser previamente adicionado na água de ânions, de modo que a concentração final na água de ânions seja igual àquela calculada pela equação 10. A concentração definida pelo cenário deve estar expressa em mg/L.

$$\text{Concentração do inibidor na água de ânions (mg/L)} = \frac{\text{Concentração definida pelo cenário (mg/L)}}{\Phi_A} \quad \text{Eq. (10)}$$

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 13 de 25
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO			GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ
PÚBLICO				

Para a adição de inibidor de incrustação na água de ânions, recomenda-se o seguinte procedimento:

- Concentrações que resultem em massas iguais ou superiores a 10 mg:** realizar a pesagem direta do inibidor de incrustação utilizando uma balança analítica, conforme fornecido. Adicionar o volume desejado da água de ânions com o pH ajustado ao frasco em que foi feita a pesagem do inibidor. Agitar a solução até a sua completa homogeneização.
- Concentrações que resultem em massas inferiores a 10 mg:** preparar uma solução estoque com uma concentração de 20.000 mg/L. Para o preparo da solução estoque utilizar uma balança analítica para a pesagem da massa do inibidor de incrustação. Adicionar água ultrapura tipo II (ou superior) e agitar a solução até sua completa homogeneização. Levar a solução a um balão volumétrico e completar com água ultrapura tipo II (ou superior) até o volume desejado.

Para o preparo da solução estoque utilizar uma balança analítica para a pesagem da massa do inibidor de incrustação. Adicionar água ultrapura tipo II (ou superior) e agitar a solução até sua completa homogeneização. Levar a solução a um balão volumétrico e completar com água ultrapura tipo II (ou superior) até o volume desejado.

Para cada concentração de inibidor de incrustação pode-se calcular a fração volumétrica do inibidor de incrustação, ϕ_{II} , com a equação 11.

$$\phi_{II} = \frac{\text{Concentração de inibidor de incrustação (mg/L)}}{\text{Massa específica do inibidor de incrustação (g/cm}^3\text{)} \times 1.000.000} \quad \text{Eq. (11)}$$

Para concentrações de inibidor de incrustação iguais ou superiores a 20 g/L se faz necessário um ajuste das frações volumétricas ϕ_C e ϕ_A em relação aos valores adotados anteriormente, seguindo as equações 12 e 13. As vazões das águas de cátions e ânions na Tabela IV e a concentração do inibidor na água de ânions devem ser ajustados de acordo.

$$\phi'_C = \phi_C \times (1 - \phi_{II}) \quad \text{Eq. (12)}$$

$$\phi'_A = 1 - \phi'_C \quad \text{Eq. (13)}$$

A duração do ensaio deve ser de, no mínimo uma das duas opções abaixo, que devem ser definidas na especificação técnica do cenário:

- Três vezes o tempo para que o diferencial de pressão do teste em branco seja alcançado, ou 70 minutos (o que for maior);
- 120 minutos.

Para que o inibidor de incrustação seja aprovado, o diferencial de pressão no ensaio com inibidor de incrustação na dosagem indicada pelo fornecedor deve ser menor do que 0,50 psi em relação à linha base. Além disso, a dosagem indicada pelo fornecedor deverá ser inferior ou igual à dosagem máxima informada no cenário para aprovação no teste de eficiência dinâmica. Essa dosagem deve ser definida como sendo a Concentração Inibitória Mínima (*Minimum Inhibitory Concentration – MIC*).

Necessidades específicas de testes adicionais para a aprovação do produto poderão ser identificadas pela Petrobras, e serão informadas na especificação técnica de cenário da oportunidade.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 14 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

Nota 3: após cada ensaio, com ou sem inibidor de incrustação, deve ser feita uma limpeza no sistema, tal que o diferencial de pressão final após a limpeza seja restabelecido, ficando igual ao da linha base com água destilada (Figura 2). A Petrobras utiliza o seguinte procedimento:

- Solução de ácido acético a 10 % em volume por 10 minutos, ou até reduzir o diferencial de pressão para próximo da linha base da água destilada (indica que houve dissolução do precipitado formado), o que for maior;
- Água destilada por 5 minutos;
- Solução de NaOH 50 g/L com EDTA 50 g/L por 10 minutos;
- Água destilada por 60 minutos.

4.5.2. Compatibilidade dinâmica

Realizar o ensaio descrito no item 4.5.1 (Teste de eficiência dinâmica) com uma dosagem equivalente ao número de vezes a MIC informada no cenário e registrar o resultado. Caso o diferencial de pressão no ensaio com o produto nessa dosagem seja menor que 0,50 psi em relação à linha base, o produto será considerado compatível nesta condição.

Nota 4: geralmente esse número é no mínimo 3 vezes a MIC e no máximo 10 vezes a MIC.

4.6. Demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor

O fornecedor deve demonstrar a viabilidade de rastrear o inibidor de incrustação na dosagem indicada por um dos métodos abaixo.

- Caso o fornecedor indique a análise elementar de fósforo, esta deverá ser feita seguindo a Norma ASTM D1976. É necessário que o teor de fósforo na Concentração Inibitória Mínima (MIC) seja igual ou superior ao limite de detecção adotado pela Petrobras, que é 0,20 mg/L. Assim, o fornecedor deve apresentar o cálculo do teor de fósforo na MIC, conforme a equação 14.

$$[P]_{MIC} = \frac{[P]_{inibidor}}{\rho_{inibidor}} \times MIC \quad \text{Eq. (14)}$$

Onde:

$[P]_{MIC}$ é o teor de fósforo na MIC, em miligrama por litro (mg/L);

$[P]_{inibidor}$ é o teor de fósforo no inibidor de incrustação, em miligrama por litro (mg/L);

$\rho_{inibidor}$ é a massa específica do inibidor de incrustação, em miligrama por litro (mg/L);

MIC é a Concentração Inibitória Mínima, em miligrama por litro (mg/L).

- Para inibidores poliméricos, o fornecedor poderá utilizar a metodologia analítica mostrada no Anexo A, que se baseia na reação com o reagente Hyamine 1622. Caso o fornecedor indique esse método analítico, ele deverá comprovar que o método é capaz de determinar a concentração de inibidor, na faixa de concentração da metade da MIC até o dobro da MIC, com um erro de até 10 % ou 3 mg/L, o que for maior. As amostras utilizadas para esta comprovação devem ser preparadas dosando inibidor na salmoura sem bicarbonato e sulfato (item 4.2.4). O Fornecedor deverá reportar, no mínimo, os resultados para as dosagens de metade da MIC, MIC e o dobro da MIC.
- Caso o produto seja de base mista, isto é, contendo matéria ativa base fósforo e polimérica, os itens (a) e (b) anteriores devem ser realizados.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 15 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

5. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Deve ser apresentado relatório de testes do produto conforme instruções dos itens 3 (Requisitos iniciais) e 4 (Requisitos de qualificação do inibidor de incrustação).

5.1. Apresentação de registro fotográfico do produto

Incluir no relatório de testes foto(s) do(s) produto(s) puro(s), onde seja possível observar com clareza os principais aspectos visuais, como cor e transparência. O registro fotográfico deve ser colorido, em alta resolução, feito a curta distância e com o produto armazenado em frasco de vidro transparente.

5.2. Apresentação dos resultados de compatibilidade estática

Os resultados dos testes de compatibilidade estática (item 4.4.1) devem ser apresentados conforme Tabela V, apresentando-se também o registro fotográfico colorido e em alta resolução conforme exemplo da Figura 3. Assegurar que os frascos utilizados no ensaio estejam íntegros, sem arranhões, manchas ou outras avarias e detalhes que possam dificultar a visualização dos resultados.

Tabela V- Exemplo de apresentação, em forma de tabela, dos resultados de compatibilidade de inibidores de incrustação com a água, para cenários de dosagem do produto em *subsea*: "Compatibilidade entre a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário conforme oportunidade] e o inibidor de incrustação [inserir o nome do inibidor de incrustação] a [inserir a temperatura de teste em °C]".

Concentração do inibidor de incrustação (mg/L)	ASPECTO VISUAL				
	Imediato	24 horas			
		Turbidez (NTU)	pH	Presença de Precipitados?	Sólidos aderidos ou sobrenadantes?
Branco	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
100	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
250	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
500	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
1.000	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
2.500	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
5.000	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
10.000	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
20.000	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
50.000	Límpida	< 10	6-7	Não	Não
100.000	Límpida	20	6-7	Não	Não
200.000	Límpida	35	6-7	Não	Não
300.000	Límpida	70	6-7	Não	Não

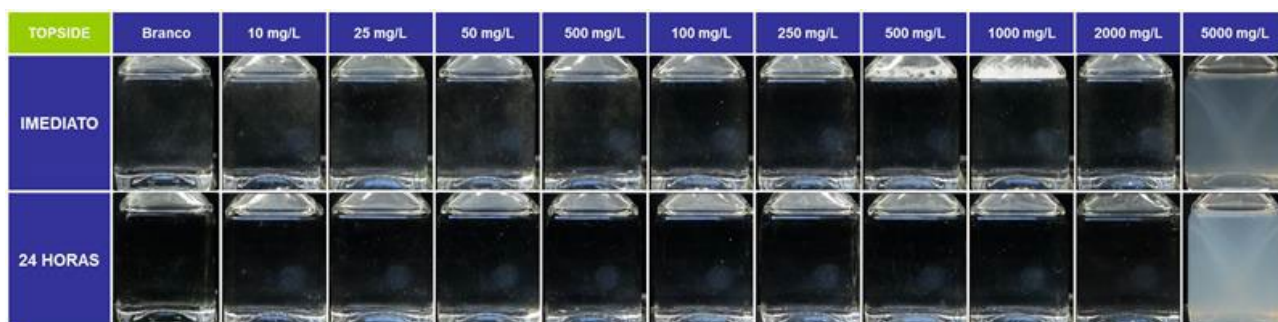


Figura 3 - Exemplo de apresentação, através de registro fotográfico, dos resultados de compatibilidade de inibidores de incrustação com a água, para cenários de dosagem do produto em superfície: "Compatibilidade entre a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário conforme oportunidade] e o inibidor de incrustação [inserir o nome do inibidor de incrustação] a [inserir a temperatura de teste em °C]".

5.3. Apresentação dos resultados da eficiência estática

Deve ser apresentado um gráfico em barra com o percentual de eficiência do inibidor de incrustação em relação à sua dosagem, em mg/L, no tempo de 1h, conforme exemplo da Figura 4.

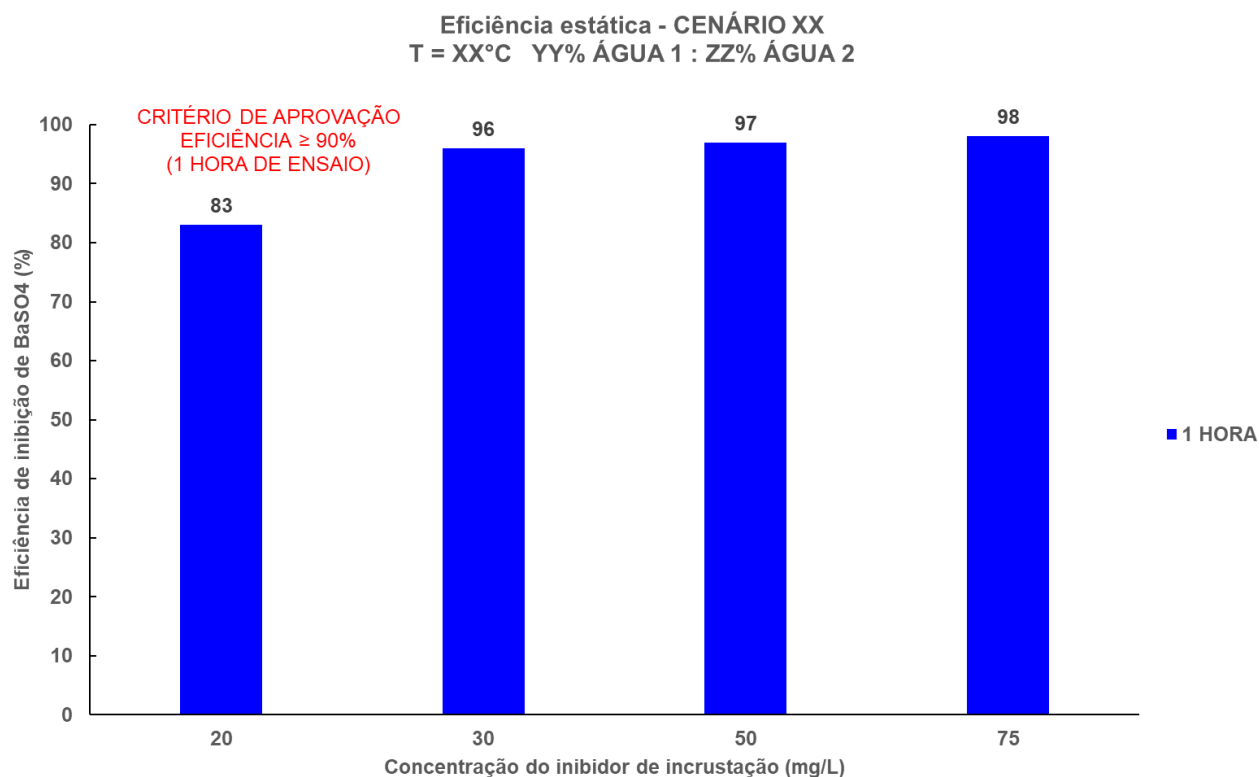


Figura 4 - Exemplo de apresentação dos resultados de determinação da MIC de inibidores de incrustação pelo teste estático de inibição: "Eficiência estática de inibição do inibidor de incrustação [inserir nome do produto] para a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário conforme oportunidade], a [inserir a temperatura de teste em °C]".

5.4. Apresentação dos resultados dinâmicos

Deve ser apresentado um gráfico com as curvas (cada réplica uma curva) do diferencial de pressão medido durante o ensaio em relação ao tempo, para os testes feitos com todas as dosagens de inibidor de incrustação avaliadas, em mg/L, com escala de 0,5 psi no eixo y, conforme exemplo da Figura 5.

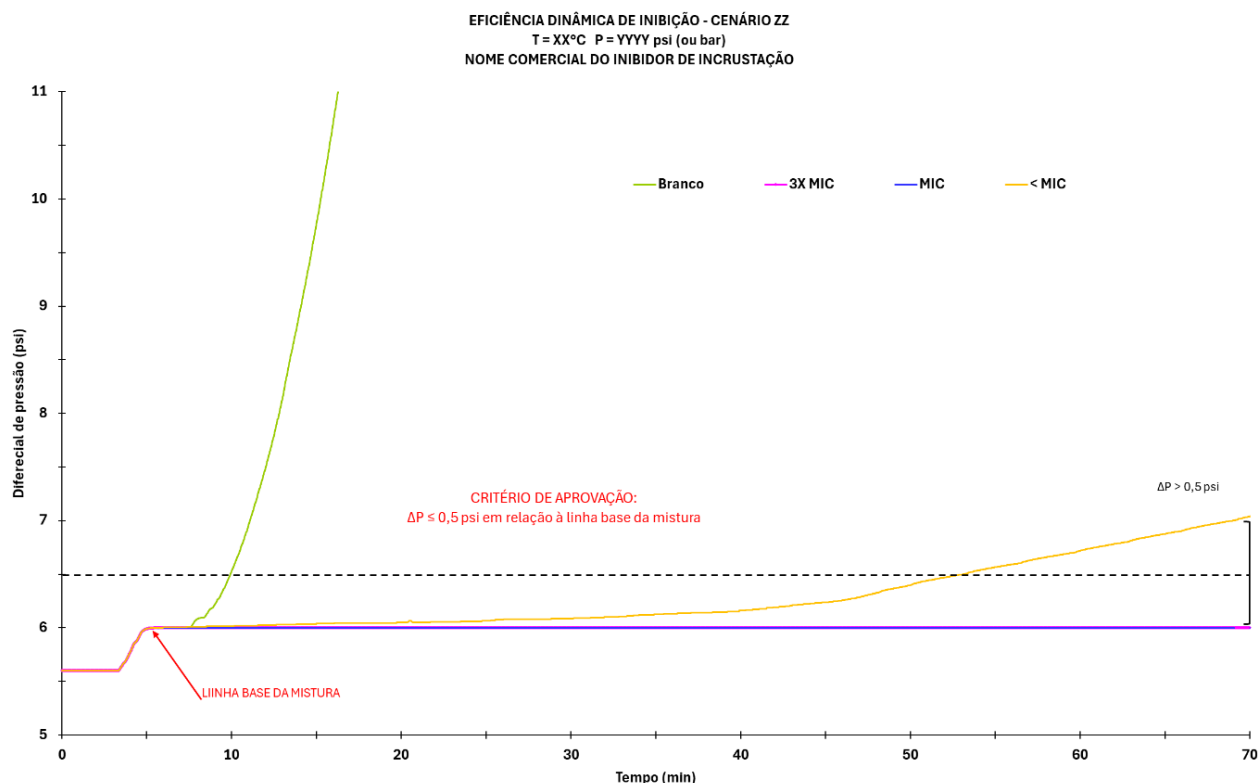


Figura 5 - Exemplo de apresentação dos resultados de determinação da MIC de inibidores de incrustação pelo teste dinâmico de inibição: “Diferencial de pressão do inibidor de incrustação [inserir nome do produto] para a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário conforme oportunidade], a [inserir a temperatura (em °C) e a pressão (bar ou psi) de teste]”.

Os resultados de compatibilidade dinâmica poderão ser apresentados tanto no mesmo gráfico dos resultados de eficiência dinâmica, como o exemplo da Figura 5, como separados em gráficos distintos, como no exemplo da Figura 6.

Os valores encontrados do tempo de precipitação do branco deverão ser explicitados no relatório no formato mm:ss (por exemplo, 03:35 na corrida 1; 03:10 na corrida 2).

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 18 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
		PÚBLICO	

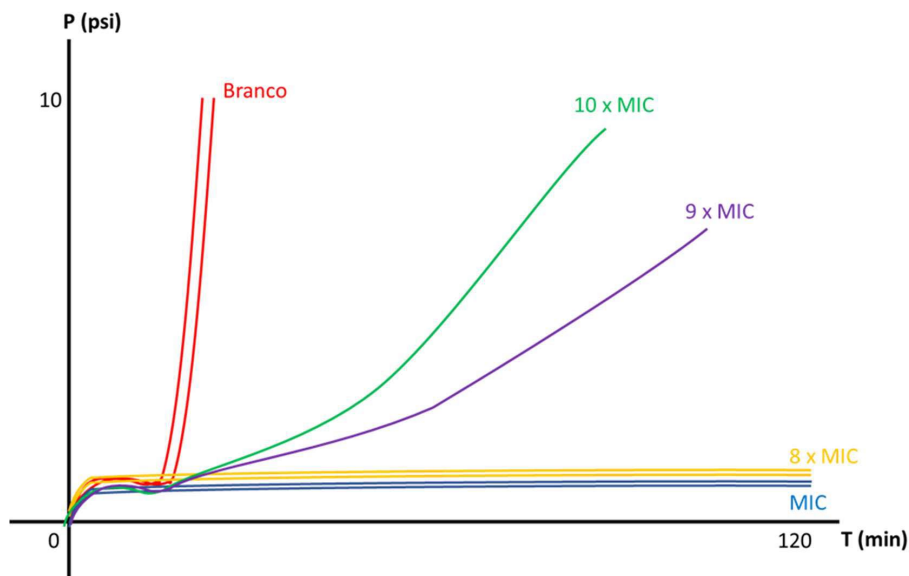


Figura 6 - Exemplo de uma rodada de ensaios de compatibilidade dinâmica na qual a compatibilidade dinâmica do produto foi obtida num valor equivalente de 8 vezes a MIC.

5.5. Apresentação da demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor

Caso o método analítico indicado tenha sido a análise elementar de fósforo, basta apresentar as entradas e o resultado da equação 9, conforme exemplo da Tabela VI.

Tabela VI - Exemplo de tabela de resultados de demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor considerando análise elementar de fósforo.

PARÂMETROS DE ENTRADA E RESULTADO	VALORES
Teor de fósforo no inibidor de incrustação, mg/L	44.000
Massa específica do inibidor de incrustação, g/cm ³	1,10
Concentração Inibitória Mínima (MIC), mg/L	10
Teor de fósforo na MIC, mg/L (calculado conforme equação 9)	0,4

Para outros métodos analíticos, incluindo o do Hyamine 1622 (Anexo A), além de enviar o protocolo utilizado em anexo, deve ser apresentada uma tabela de resultados em triplicata de determinação de residual de inibidor, conforme exemplo da Tabela VII.

Tabela VII - Exemplo de tabela de resultados, em triplicata, da determinação de residual de inibidor com MIC de 20 mg/L na salmoura de teste.

CONCENTRAÇÃO NOMINAL	RESULTADO DO MÉTODO ANALÍTICO
10 (metade da MIC)	8; 9; 10
20 (MIC)	22; 20; 21
40 (dobro da MIC)	39; 41; 40

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 19 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
		PÚBLICO	

6. CRITÉRIO DE APROVAÇÃO

O inibidor de incrustação será considerado aprovado para uso em campo se atender aos critérios de aceitação dos seguintes testes, quando aplicável ao cenário da oportunidade:

- Teste de compatibilidade estática:

Apresentar, em todas as concentrações até o limite de dosagem informado no cenário, os seguintes resultados:

- Turbidez medida após 24h do início do teste inferior a 10 NTU (somente para produtos com aplicação submarina);
- Ausência de precipitado e sólidos sobrenadantes ou aderidos após 24h do início do teste.

- Teste de eficiência estática:

Apresentar, no mínimo, 90 % de eficiência em dosagem menor ou igual à dosagem máxima informada no cenário.

- Teste de eficiência dinâmica:

Diferencial de pressão das duplicatas, na dosagem menor ou igual à dosagem máxima informada no cenário, deve ser menor do que 0,50 psi em relação à linha base.

- Teste de compatibilidade dinâmica:

Diferencial de pressão das duplicatas, na dosagem equivalente ao número de vezes a MIC informada no cenário, deve ser menor do que 0,50 psi em relação à linha base.

- Demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor:

Deve ser apresentado o método indicado para rastrear o inibidor de incrustação na dosagem indicada.

- Caso o método indicado seja análise elementar de fósforo, o teor de fósforo na MIC, $[P]_{MIC}$, deve ser igual ou superior a 0,20 mg/L;
- Caso o método indicado seja reação com reagente Hyamine 1622, deverá ser comprovado que o método é capaz de determinar a concentração de inibidor, na faixa de concentração da metade da MIC até o dobro da MIC, com um erro de até 10 % ou 3 mg/L, o que for maior.

Adicionalmente, o relatório de testes do produto deve ser reportado conforme instruções apresentadas no item 5 (Apresentação dos resultados).

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 20 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
			PÚBLICO	

ANEXO A - MÉTODO DO HYAMINE 1622

Método para determinação do residual de inibidores de incrustação em amostras de água.

A.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- A.1.1. Solução de cloreto de Benzetônio (Hyamine 1622) 5 g/L;
- A.1.2. Solução de citrato de sódio di-hidratado em água deionizada 50 g/L com pH acima de 9,0, ajustado com uma solução de hidróxido de potássio (KOH) 50 % massa;
- A.1.3. Metanol (MeOH) P.A.;
- A.1.4. Solução de metanol (MeOH P.A.) em água deionizada 80 % volume;
- A.1.5. Solução de hidróxido de sódio (NaOH P. A.) em água deionizada 0,1 M;
- A.1.6. Solução tampão de borato de sódio em água deionizada 0,05 M com pH 9,0, ajustado com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH P. A.) 0,2 M em água deionizada;
- A.1.7. Água deionizada com pH ajustado para 1,5: gotejar ácido clorídrico P.A. (HCl 32 %) em água deionizada até atingir o pH entre 1,45 e 1,55;
- A.1.8. Água deionizada com pH ajustado para 2,0: gotejar ácido clorídrico P. A. (HCl 32 %) em água deionizada até atingir o pH entre 1,95 e 2,05;
- A.1.9. Solução do inibidor de incrustação 50 mg/L em água deionizada com pH ajustado para 1,5 (A.1.7);
- A.1.10. Solução do inibidor de incrustação 50 mg/L em água deionizada com pH ajustado para 2,0 (A.1.8);
- A.1.11. Salmoura de teste;
- A.1.12. Soluções padrão do inibidor de incrustação na salmoura de teste nas concentrações de 0,5 vezes a MIC, 0,75 vezes a MIC, na MIC, 1,5 vezes a MIC e 2 vezes a MIC;
- A.1.13. Cartuchos para extração em fase sólida:
 - Aminopropil (-NH₂): 500 mg; 6 mL
 - Octadecil (C18): 18 %; 500 mg; 6 mL
- A.1.14. *Manifold* a vácuo para cartuchos de extração em fase sólida (SPE);
- A.1.15. Tubos Falcon de 50 mL;
- A.1.16. Bomba de vácuo e sistema de controle para garantir uma pressão de aproximadamente 2 mm Hg na etapa de lavagem, 5 mm Hg na eluição do cartucho e 9 mm Hg durante a secagem do cartucho;
- A.1.17. Fotômetro ou espectrofotômetro capaz de realizar leitura de absorção molecular em 500 nm com exatidão de 0,005 u.a. utilizando cubetas de caminho ótico de 1, 2 e 10 cm;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 21 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	

A.2. SELEÇÃO DO CARTUCHO

Testar os cartuchos do tipo aminopropil (-NH₂) e octadecil (C18) para selecionar o mais adequado para analisar o inibidor de incrustação.

A.2.1. Acoplar os cartuchos SPE ao *manifold* a vácuo conforme mostrado na Figura A.1;

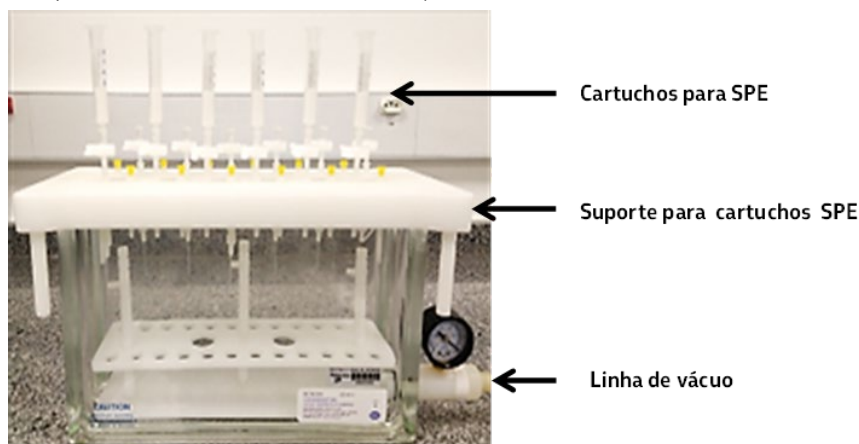


Figura A.1 – *Manifold* a vácuo para cartuchos de SPE.

A.2.2. Avaliação do cartucho aminopropil (-NH₂)

- A.2.2.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de metanol P.A. e 10 mL da solução aquosa com pH 1,5 (A.1.7);
- A.2.2.2. Percolar 15 mL da solução de inibidor de incrustação A.1.9;
- A.2.2.3. Lavar o cartucho com 50 mL da solução A.1.7. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;
- A.2.2.4. Secar o cartucho sob vácuo por 10 minutos;
- A.2.2.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de NaOH 0,1 M (A.1.5), recolhendo-se o produto em um tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.2.2);
- A.2.2.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;
- A.2.2.7. Adicionar à solução recolhida (S.A.2.2) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;
- A.2.2.8. Após 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.2.2, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm com cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando água deionizada como branco.

A.2.3. Avaliação do cartucho octadecil (C18)

- A.2.3.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de solução de metanol 80 % volume (A.1.4) e 10 mL da solução aquosa com pH 2,0 (A.1.8);
- A.2.3.2. Percolar 15 mL da solução de inibidor de incrustação A.1.10;
- A.2.3.3. Lavar o cartucho com 10 mL da solução A.1.8. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;
- A.2.3.4. Secar o cartucho sob vácuo por 10 minutos;

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P		FOLHA: 22 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
PÚBLICO				

A.2.3.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de borato 0,05 M (A.1.6), recolhendo-se o produto em um tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.2.3);

A.2.3.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;

A.2.3.7. Adicionar à solução recolhida (S.A.2.3) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;

A.2.3.8. Após 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.2.3, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm com cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando água deionizada como branco.

A.2.4. Comparar o resultado obtido em A.2.2.8 e A.2.3.8 e selecionar o cartucho que fornece a maior absorbância.

A.3. TEMPO DE COMPLEXAÇÃO DO ANALITO COM A HYAMINE 1622

A.3.1. Se o cartucho selecionado for o -NH₂, realizar o procedimento de A.2.2.1 a A.2.2.7 e medir a absorbância em 500 nm, com cubeta de caminho ótico de 2 cm, após 20 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 em intervalos de tempo de 20 minutos por até 4 horas, utilizando água deionizada como branco;

A.3.2. Se o cartucho selecionado for o C18, realizar o procedimento de A.2.3.1 a A.2.3.7 e medir a absorbância em 500 nm, com cubeta de caminho ótico de 2 cm, após 20 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 em intervalos de tempo de 20 minutos por até 4 horas, utilizando água deionizada como branco;

A.3.3. Se ocorrer o aumento do valor de absorbância e a estabilização da leitura, a determinação da absorbância na construção da curva analítica e na análise das amostras de água produzida deve ser realizada no intervalo de tempo no qual a leitura é estável. Se não estabilizar, realizar as leituras no tempo fixo de 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622.

A.4. CONSTRUÇÃO DA CURVA ANALÍTICA

A.4.1. Se o cartucho selecionado em A.2 for o de aminopropil (-NH₂):

A.4.1.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de metanol P.A. e 10 mL da solução aquosa com pH 1,5 (A.1.7);

A.4.1.2. Percolar 15 mL da solução padrão de inibidor de incrustação na MIC (A.1.12). Em paralelo, usando outro cartucho condicionado conforme descrito em A.4.1.1., percolar 15 mL da salmoura de teste isenta de inibidor de incrustação (A.1.11);

A.4.1.3. Lavar os cartuchos com 50 mL da solução A.1.7. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;

A.4.1.4. Secar os cartuchos sob vácuo por 10 minutos;

A.4.1.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de NaOH 0,1 M (A.1.5), recolhendo-se os produtos em tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.4.1a da percolação da solução padrão de inibidor de incrustação e solução S.A.4.1b da percolação da salmoura de teste);

A.4.1.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 23 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	
A.4.1.7. Adicionar às soluções recolhidas (S.A.4.1a e S.A.4.1b) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem; A.4.1.8. Após o tempo estabelecido em A.3 da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.4.1a, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm em cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando a solução obtida de S.A.4.1b como branco; A.4.1.9. Se a absorbância estiver fora da faixa de 0,05 a 0,5, testar cubeta de outro caminho ótico. Se o persistir, usar outro volume de percolação em A.4.1.2.; A.4.1.10. Se a absorbância lida em A.4.1.8. estiver entre 0,05 e 0,5, repetir o procedimento de A.4.1.1. a A.4.1.8. com as demais soluções padrão do inibidor de incrustação descritas em A.1.12; A.4.1.11. Construir a curva analítica traçando o gráfico de correlação das concentrações das soluções padrão em função da absorbância em 500 nm. Essa curva analítica deve ser linear (resíduos com distribuição normal e variância constante) com coeficiente de determinação superior a 0,97; A.4.1.12. Se o coeficiente de determinação da curva for menor do que 0,97, usar outro volume de percolação em A.4.1.2. e/ou mudar o caminho ótico. A.4.2. Se o cartucho selecionado em A.2 for o de octadecil (C18): A.4.2.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de solução de metanol 80 % volume (A.1.4) e 10 mL da solução aquosa com pH 2,0 (A.1.8); A.4.2.2. Percolar 15 mL da solução padrão de inibidor de incrustação na MIC (A.1.12). Em paralelo, usando outro cartucho condicionado conforme descrito em cc, percolar 15 mL da salmoura de teste isenta de inibidor de incrustação (A.1.11); A.4.2.3. Lavar os cartuchos com 10 mL da solução A.1.8. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min; A.4.2.4. Secar os cartuchos sob vácuo por 10 minutos; A.4.2.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de borato 0,05 M (A.1.6), recolhendo-se os produtos em tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.4.2a da percolação da solução padrão de inibidor de incrustação e solução S.A.4.2b da percolação da salmoura de teste); A.4.2.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada; A.4.2.7. Adicionar às soluções recolhidas (S.A.4.2a e S.A.4.2b) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem; A.4.2.8. Após o tempo estabelecido em A.3 da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.4.2a, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm em cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando a solução obtida de S.A.4.2b como branco; A.4.2.9. Se a absorbância estiver fora da faixa de 0,05 a 0,5, testar cubeta de outro caminho ótico. Se o persistir, usar outro volume de percolação em A.4.2.2.; A.4.2.10. Se a absorbância lida em A.4.2.8. estiver entre 0,05 e 0,5, repetir o procedimento de A.4.2.1 a A.4.2.8. com as demais soluções padrão do inibidor de incrustação descritas em A.1.12; A.4.2.11. Construir a curva analítica traçando o gráfico de correlação das concentrações das soluções padrão em função da absorbância em 500 nm. Essa curva analítica deve ser linear (resíduos			

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 24 de 25	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ	
PÚBLICO			

com distribuição normal e variância constante) com coeficiente de determinação superior a 0,97;

A.4.2.12. Se o coeficiente de determinação da curva for menor do que 0,97, usar outro volume de percolação em A.4.1.2 e/ou mudar caminho ótico.

Nota: Se a absorbância da solução contendo 2 vezes a MIC for maior do que 1, recomenda-se reduzir o volume das soluções padrão percoladas em A.4.1.2. ou em A.4.2.2. Se for menor do que 0,5, recomenda-se aumentar o volume.

A.5. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE INIBIDORES DE INCRUSTAÇÃO EM AMOSTRAS DE ÁGUA PRODUZIDA

A.5.1. Para analisar a amostra de água produzida, utilizar o volume de percolação estabelecido na construção da curva analítica e realizar o procedimento de q a x ou cc a jj. Realizar o procedimento com a salmoura de teste para usar como branco da análise em 500 nm;

A.5.2. Se a absorbância em 500 nm estiver acima do limite da curva analítica, diluir a amostra com a salmoura de teste e repetir a análise;

A.5.3. Calcular a concentração do inibidor de incrustação na água produzida, utilizando a equação da curva analítica construída em A.4;

A.5.4. Reportar a concentração do inibidor de incrustação como um número inteiro;

A.5.5. Se a absorbância estiver abaixo do limite da curva, reportar o resultado como menor do que o número correspondente a 0,5 vezes o valor da MIC.

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-052	REV. K
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 25 de 25
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM UNIDADES DE PRODUÇÃO DE PETRÓLEO			GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ
PÚBLICO				

ANEXO B - MEMÓRIA DE CÁLCULO PARA AUXILIAR NO PREPARO DAS SALMOURAS

O arquivo eletrônico “Anexo B - Preparo de águas de cátions e ânions_ET-052 rev J.xlsx” possui uma memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras de cátions e ânions, partindo-se da composição da água do cenário como ilustrado na Figura B.1.

Salmoura de estudo	
Constituintes, mg/L	
Sódio	0
Potássio	0
Magnésio	0
Cálcio	0
Bário	0
Estrôncio	0
Cloreto	0
Brometo	0
Sulfato	0
Bicarbonato	0
Acetato	0
Formiato	
Propionato	
Butirato	
Lactato	
Bicarbonato	0
pH a 21°C	
Salinidade (NaCl)	0

Campos editáveis

Valor experimental

Data impressão

17/03/2025

Água de Ânions				
Fração volumétrica cátions (Φ _{Cj})	0,5	Volume a ser preparado (L)	1	
Analito	Sal	Massa a ser pesada, g	% de NaOH	0
Sulfato	Na2SO4	0,0000	NaOH, g	
Bicarbonato	NaHCO3	0,0000	0	
Sódio	NaCl	0,0000		
Acetato	NaCH3COO	0,0000		
Brometo	NaBr	0,0000		
pH a 21°C				

Água de Cátions		
Fração volumétrica ânions (Φ _{Aj})	0,5	Volume a ser preparado (L)
Analito	Sal	Massa a ser pesada, g
Sódio	NaCl	0,0000
Potássio	KCl	0,0000
Cálcio	CaCl2.2H2O	0,0000
Magnésio	MgCl2.6H2O	0,0000
Bário	BaCl2.2H2O	0,0000
Estrôncio	SrCl2.6H2O	0,0000
pH a 21°C		

Água de Ânions (s/ ânions ppt)			
Fração volumétrica ânions (Φ _{Aj})	0,5	Volume a ser preparado (L)	1
Analito	Sal	Massa a ser pesada, g	
Sódio	NaCl	0,0000	
Acetato	NaCH3COO	0,0000	
Brometo	NaBr	0,0000	
pH a 21°C			

Figura B.1 – Esquema da planilha de memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras de cátions e ânions, partindo-se da composição da água do cenário.

O arquivo da planilha de cálculo pode ser encontrado no painel lateral (Anexos) do aplicativo leitor de PDF utilizado pelo usuário para abrir o arquivo desta especificação técnica (ET-3010.00-1260-010-PNG-052-J.pdf).

- 1 Acesse ≡ > Exibir > Mostrar/ocultar > Painéis laterais > Anexos.
- 2 Selecione o anexo que deseja abrir.

Observação: Os anexos em um PDF são arquivos externos incorporados ao documento principal fornecendo informações ou recursos adicionais, garantindo que usuários possam acessar todos os arquivos necessários convenientemente em um local.