ÍNDICE DE REVISÕES

REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS
0	Revisão Original.
A	Revisão do item 4.
B	Revisão geral.
C	Inclusão de requisitos no item 4.
D	Alteração na especificação do pH no item 4.
E	Definição de especificação para cor, densidade e pH e revisão do valor máximo de viscosidade no item 4. Atualização do formulário da ET segundo norma PETROBRAS N-0381 rev. M. Revisão do item 3.1: removido Boletim Técnico. Inclusão do Anexo A. Revisão do item 3.1, com a inclusão do termo FDS (Ficha de Dados de Segurança), conforme norma NBR 14725, publicada em 3 de julho de 2023, que estabelece diretrizes para substituição da antiga FISPQ pela FDS. Revisão no item 2 do título da norma NBR 7503 e a inclusão no item 3.1 da declaração atestando que o produto químico é classificado como não perigoso, dispensando a emissão da FE para transporte terrestre.

	REV. 0	REV. A	REV. B	REV. C	REV. D	REV. E
DATA	03/02/2015	14/09/2015	03/02/2020	05/02/2020	06/02/2020	10/04/2024
EXECUÇÃO	GABRIEL AQUINO	GUSTAVO LAGE	B97J	B97J	B97J	BEBI, M3OO
VERIFICAÇÃO	IRIS MEDEIROS	MARIANA FIGUEIREDO	EK6A	EK6A	EK6A	BE3W
APROVAÇÃO	GIOVANI NUNES	GIOVANI NUNES	CJCL	CJCL	CJCL	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.

PÚBLICA

1. ESCOPO

Esta especificação técnica fixa as características exigíveis para a aceitação de SEQUESTRANTE DE H_2S à base de HEXAHIDRO-1,3,5-TRIS(HIDROXIETIL)-S-TRIAZINA (MEA-TRIAZINA), número CAS 4719-04-4, com concentração mínima de 70 %v, usado para reduzir os teores de H_2S de origem termogênica e/ou biogênica (BRS) em fluidos produzidos pelos poços e/ou armazenados, a fim de proteger as instalações de linhas e equipamentos de efeitos corrosivos, além de garantir as condições de segurança da produção.

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	Transporte terrestre de produtos perigosos - Ficha de emergência — Requisitos mínimos;
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;
ABNT NBR 15308	Toxicidade aguda - Método de ensaio com misídeos (*Crustacea*);
ABNT NBR 15350	Toxicidade crônica de curta duração – Método de ensaio com ouriço-do-mar (*Echinodermata: Echinoidea*);
ABNT NBR 15469	Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras;
ASTM D4052	*Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter;*
ISO 3219	*Plastics – Polymers/Resins in the Liquid State or as Emulsions or Dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate;*
ASTM D5501	*Standard Test Method for Determination of Ethanol and Methanol Content in Fuels Containing Greater than 20% Ethanol by Gas Chromatography;*
ASTM E70	*pH of Aqueous Solutions with the Glass Electrode;*
OECD 107	OECD *Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (n-octanol/water): Shake Flask Method;*
OECD 117	OECD *Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (n-octanol/water), HPLC Method;*
OECD 123	OECD *Guidelines for the Testing of Chemicals. Partition Coefficient (1-Octanol/Water): Slow-Stirring Method;*
OECD 306	OECD *Guidelines for the Testing of Chemicals. Biodegradability in Seawater.*

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

3. CONDIÇÕES GERAIS

3.1. Documentos

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

a. Ficha com Dados de Segurança (FDS), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 14725;

b. Ficha de Emergência (FE), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 7503 ou declaração atestando que o produto químico é classificado como não perigoso;

c. 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;

d. 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);

e. 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 FDS do produto, com as metodologias aplicadas devidamente declaradas neste item e referenciadas na Seção 16 da FDS;

f. 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 e 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 FDS do produto, com as metodologias aplicadas devidamente declaradas neste item e referenciadas na Seção 16 da FDS.

A apresentação dos laudos referentes aos itens d), e) e f) não exime a necessidade de fornecer as informações demandadas nos itens da Seção 12 da FDS, 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:

g. Ficha com Dados de Segurança (FDS), 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:

a. Nome comercial do produto;
b. Função: SEQUESTRANTE DE H_2S BASE TRIAZINA A 70%;
c. Nome do fabricante;
d. Nome do fornecedor;
e. Número de lote;
f. Massa bruta (kg);
g. Massa líquida (kg);
h. Volume líquido (L ou m^3), se aplicável;
i. Data de fabricação;
j. Data de validade;
k. Advertência de riscos e perigos (Diamante de Hommel);
l. Rotulagem de risco, conforme norma ABNT NBR 7500;
m. 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.

4. CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

ENSAIO	MÉTODO	ESPECIFICAÇÃO	UNIDADE
Aspecto	Visual	Líquido, límpido, sem material em suspensão, depósitos ou sobrenadantes.	-
Cor	Visual	Levemente amarelado a âmbar	-
Densidade (20 °C / 4 °C)	ASTM D4052	1,130 a 1,153	-
pH (1 % v/v, 25 °C)	ASTM E70	10,8 ± 1,0	-
Viscosidade dinâmica (25 °C) **	ISO 3219	Anotar * ± 20 % (mínimo 70 e máximo 350)	mPa.s
Teor de matéria ativa ***	Espectroscopia Raman ou Espectroscopia por Ressonância Magnética Nuclear (Anexo A)	70,0 mínimo	% (m/m)

* Onde constar "Anotar", o fabricante deverá informar o valor por ocasião da aprovação e/ou contratação do fornecimento do produto. Este valor será utilizado como referência para aquisições futuras.

** Informar a taxa de cisalhamento que foi utilizada na determinação da viscosidade.

*** Ensaio obrigatório para qualificação e opcional para certificado de análise.

O produto não deve conter nenhuma das substâncias a seguir em sua formulação: metanol, organohalogenados, acroleína e/ou cromato.

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:

a) Nome do fabricante;
b) Número do certificado;
c) Função: SEQUESTRANTE DE H_2S BASE TRIAZINA A 70%;
d) Marca comercial;
e) Número do lote;
f) Data de fabricação;
g) Data de validade;
h) Nome do técnico responsável;
i) Número do CRQ do técnico responsável;
j) Data de emissão do certificado;
k) Coluna Ensaio com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;

l) Coluna Método com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
m) Coluna Especificação com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
n) Coluna Resultados com os itens obrigatórios constantes no item 4 desta especificação técnica;
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.

ANEXO A

Método por espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN) para determinação do teor da matéria ativa (%MA) MEA-Triazina em amostras de Sequestrantes de H_2S – Análise por RMN ^{13}C ou RMN ^{1}H.

A.1. Materiais e aparelhagem

A.1.1. Dimetilsulfóxido deuterado (DMSO-d_6) ou Óxido de deutério (D_2O, 99.9 % D) para espectroscopia de RMN.

A.1.2. 1,3,5-Trioxano com pureza mínima de 99 %.

A.1.3. Balança analítica com resolução de pelo menos 0,001 g.

A.1.4. Espectrômetro de ressonância magnética nuclear (RMN) de 4,70 Tesla de campo magnético ou superior.

A.1.5. Tubos para análises por RMN de 10 mm de diâmetro externo.

NOTA: É permitido usar tubos de 5 mm de diâmetro externo. Nesse caso, será necessário dividir por quatro o volume de amostra, o volume de D_2O e a massa de padrão (1,3,5-trioxano) descritos em A.2.

A.1.6. Pipetas capazes de medir volumes entre 0,5 de 2 mL.

A.2. Procedimento experimental

A.2.1. Para de RMN ^{13}C pesar 0,2 mL da amostra de sequestrante de H_2S no tubo (A.1.5) e anotar a massa (A.1.3). Em seguida, adicionar 0,4 mL de DMSO-d_6 ou D_2O (A.1.1) e aproximadamente 40 mg de padrão interno de quantificação 1,3,5-trioxano (A.1.2.) e anotar a massa adicionada.

A.2.2. Para de RMN ^{1}H pesar 50 µL de sequestrante de H_2S no tubo (A.1.5) e anotar a massa (A.1.3) 550µL de DMSO-d_6 ou e aproximadamente 40 mg de padrão interno de quantificação 1,3,5-trioxano (A.1.2.) e anotar a massa adicionada.

A.2.3. Antes de iniciar a aquisição do espectro de RMN ^{13}C, homogeneizar a solução dentro do tubo de RMN. Para tal, pode-se introduzir o tubo no magneto e girar entre 12 e 20 Hz por 5 minutos a temperatura entre 32 ºC.

A.2.4. Adquirir os espectros de ressonância magnética nuclear de carbono-13 (RMN ^{13}C) e de ressonância magnética nuclear de hidrogênio-1 (RMN ^{1}H), em temperaturas na faixa de 32 ºC, seguindo as condições descritas na tabela A.I. Durante a aquisição do espectro não é preciso girar o tubo dentro do magneto. O espectro de RMN ^{13}C deve ser referenciado em 94,0 ppm a partir do sinal do 1,3,5-trioxano e deve ser semelhante ao mostrado na Figura A.1.

Tabela A.I. Condições experimentais da análise de RMN ^{13}C e RMN ^{1}H.

PARÂMETRO	RMN ^{13}C ou RMN ^{1}H
Frequência	Frequência de ressonância do ^{13}C ou RMN ^{1}H no campo magnético usado
Janela espectral	-20 a +210 kHz
Tempo de aquisição	1,2 s
Pulso	90°
Intervalo entre pulsos	45,0 s
Núcleo desacoplado	1H
Número de transientes	512
Modo do desacoplador	*NNY
Processamento	Line broadening: 1,0 Hz

*Ligado só na aquisição.

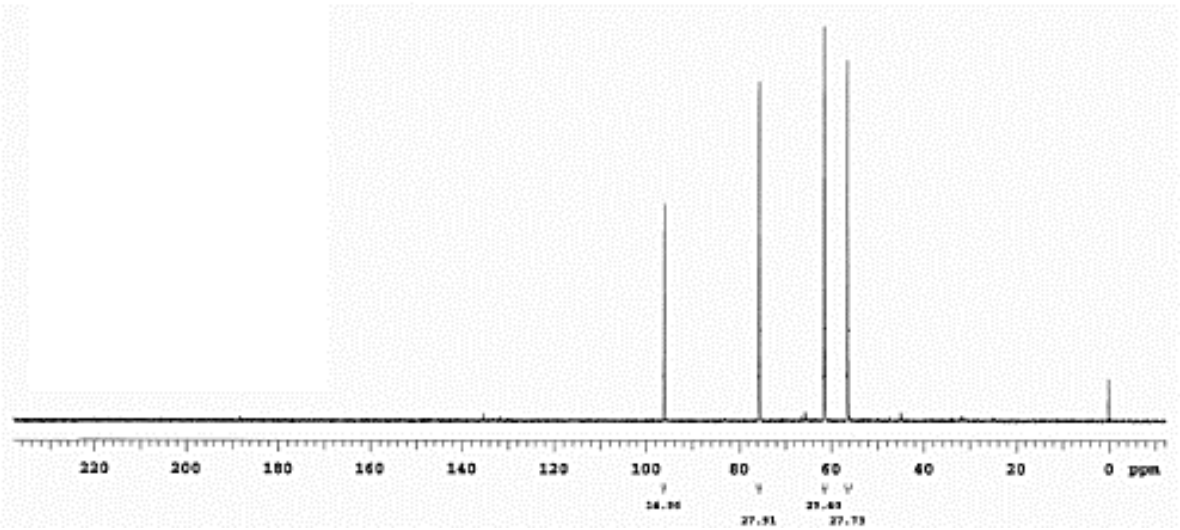

Figura A.1. Espectro de RMN ^{13}C da MEA-triazina (sinais em 74, 59 e 55ppm), o padrão 1,3,5-trioxano (sinal em 94,0 ppm).

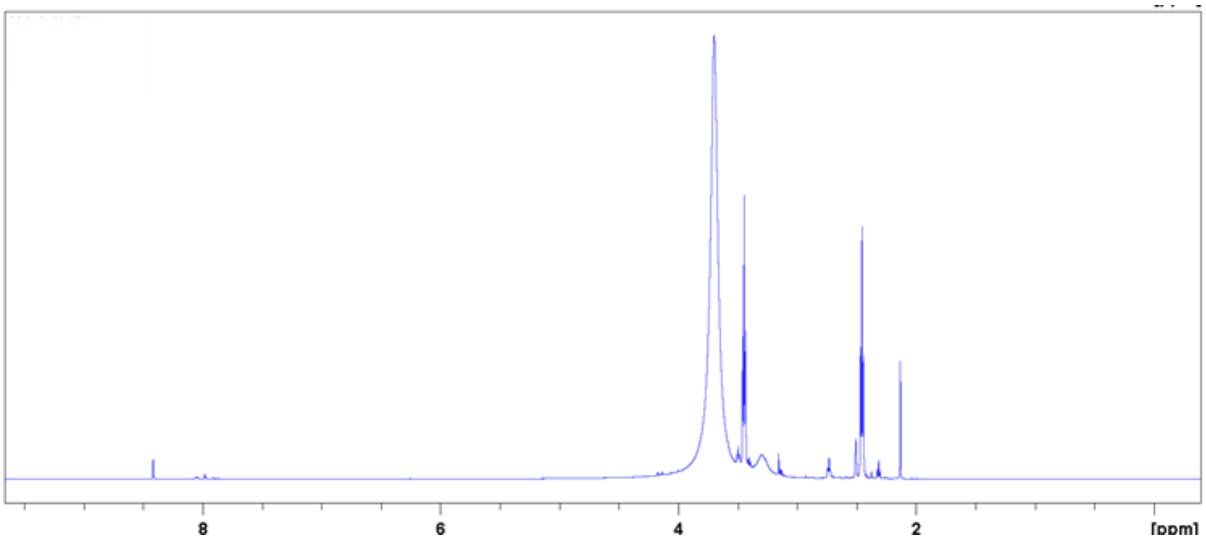

Figura A.2. Espectro de RMN ^{1}H da MEA-triazina.

A.3. Determinação do teor de matéria ativa em amostras de Sequestrantes de H_2S

A.3.1. Calcular o teor de matéria ativa (%MA), seguindo as equações A.1 ou A.2, de acordo com a técnica utilizada na aquisição dos espectros (RMN ^{13}C).

$$\%MA = \left(\frac{I_{Triazina}}{I_{Padrão}}\right) \times \left(\frac{N_{Padrão}}{N_{Triazina}}\right) \times \left(\frac{M_{Triazina}}{M_{Padrão}}\right) \left(\frac{m_{Padrão}}{m_{Triazina}}\right) \times P_{Padrão} \qquad \text{Equação A.1}$$

onde:

%MA e $P_{Padrão}$ = teor de MEA-triazina na amostra e pureza do padrão interno para quantificação, 1,3,5-trioxano ou do 1,4-dioxano;

$I_{Triazina}$ e $I_{Padrão}$ = intensidade dos sinais de ressonância da MEA-triazina (média dos 3 sinais na amostra em aproximadamente 74, 59 e 55 ppm) e dos padrões, 1,3,5-trioxano (aproximadamente 94 ppm) ou 1,4-dioxano (aproximadamente 66 ppm);

$N_{Triazina}$ e $N_{Padrão}$ = número de núcleos referentes ao sinal de ressonância da MEA-triazina (3) e dos padrões, 1,3,5-trioxano (3) ou do 1,4-dioxano (4);

$M_{Triazina}$ e $M_{Padrão}$ = massa molecular da MEA-triazina (219,28 $g.mol^{-1}$) e dos padrões, 1,3,5-trioxano (90,08 $g.mol^{-1}$) ou 1,4-dioxano (88,1 $g.mol^{-1}$)

m_A e $m_{Padrão}$ = massa da amostra e dos padrões, 1,3,5-trioxano ou do 1,4-dioxano.

A.3.2. Reportar o teor de matéria ativa na amostra do produto comercial com uma casa decimal.