
 <b>PETROBRAS</b>	<b>ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA</b>		<b>ET-3010.00-1260-010-PNG-082</b>									
	CLIENTE:		<b>E&amp;P</b>					FOLHA		1	de	4
	PROGRAMA:											
	ÁREA:											
TÍTULO:		<b>ÁCIDO ACÉTICO 75% INIBIDO</b>					PÚBLICO					
							GIA-E&P/EAEP/EOPM					
<b>ÍNDICE DE REVISÕES</b>												
<b>REV.</b>	<b>DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS</b>											
0	Emissão inicial											
A	Inclusão de requisito no item 4. Inclusão do Anexo 1.											
	REV. 0	REV. A	REV. B	REV. C	REV. D	REV. E	REV. F	REV. G	REV. H			
DATA	16/11/2020	23/11/2020										
PROJETO	GIA-E&P/EAEP/EOPM	GIA-E&P/EAEP/EOPM										
EXECUÇÃO	B97J	B97J										
VERIFICAÇÃO	EK6A	EK6A										
APROVAÇÃO	CLJ1	CLJ1										
AS INFORMAÇÕES DESTES DOCUMENTOS SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.												

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº	ET-3010.00-1260-010-PNG-082	REV.	A
	TÍTULO:			FOLHA	2 de 8
	<p style="text-align: center;"><b>ÁCIDO ACÉTICO 75% INIBIDO</b></p>			PÚBLICO	
GIA-E&P/EAEP/EOPM					

## 1. Escopo

- 1.1. Esta especificação técnica fixa as características exigíveis para a qualificação e aceitação de **solução aquosa de ácido acético a 75% (CAS 64-19-7) com inibidor de corrosão**, usado na produção para **tratamento de água produzida**.
- 1.2. Esta especificação técnica é válida a partir da data de sua edição.
- 1.3. 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 D 664	Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration
ASTM D 4052	Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter;
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 na etapa de pré-qualificação os seguintes documentos do produto:

- a. Boletim técnico em português e/ou inglês;
- b. Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 14725;
- c. Ficha de Emergência, em português, em acordo com a norma ABNT NBR 7503;
- d. Laudo de análise, emitido por laboratório independente, constando todos os resultados dos ensaios prescritos no item 4 conforme metodologias indicadas.
- e. 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).

- f. 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.
- g. 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 e), f) e g) 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:

- h. Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ), em português, em acordo com a norma ABNT NBR 14725;
- i. Ficha de Emergência, em português, em acordo com a norma ABNT NBR 7503;
- j. 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 barris fabricados em aço inox 316L com certificado de inspeção de fabricação (ou outra alternativa técnica, desde que comprovada compatibilidade química com ácido acético), garantindo 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, sendo que devem ser apresentados os registros (que devem ser rastreáveis) de reparos de manutenção do contentor.

### 3.3. Identificação

Nas embalagens do produto deverão constar, no mínimo:

- a. Nome comercial do produto;
- b. Função e aplicação: **ÁCIDO ACÉTICO 75% INIBIDO**;
- 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<sup>3</sup>), 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 Químicas e Físico-Químicas

ENSAIO	MÉTODO	ESPECIFICAÇÃO	UNIDADE
Aspecto	Visual	Líquido, límpido, sem material em suspensão, depósitos ou sobrenadantes.	-
Cor	Visual	Incolor	-
Densidade (20 °C / 4 °C)	ASTM D 4052	Anotar *	-
Concentração	ASTM D 664	76,0 ± 1,0	% m/m
Tendência à formação de emulsão **	Anexo 1	Quebra > 90% após 5 minutos, límpido e sem emulsão estável	
Tendência à formação de espuma **	Anexo 2	Altura < 150mL e tempo de quebra < 2min	
Eficiência de inibição **	Anexo 3	Superior a 90%	

\* 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.

\*\* Ensaio obrigatório para homologação de acordo com metodologia e requisitos definidos nos anexos 1, 2 e 3.

#### 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 e de pré-qualificação.

#### 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: **ÁCIDO ACÉTICO 75% INIBIDO**;
- 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 1 – Procedimento para avaliação da tendência à formação de espuma

Colocar em uma proveta de 250 ml (diâmetro externo de 45 mm e altura da parte graduada de 225 mm), 100 ml de uma salmoura contendo 60.000 mg/L de íons cloreto e 500 mg/L de íons bicarbonato (balanço com sódio), e 1.000ppm do ácido acético 75% inibido.

Instalar um borbulhador de gás (tubo de vidro com um cilindro de vidro sinterizado de porosidade média – P160), que deve ser inserido no centro da proveta e ficar imerso numa profundidade de 50 mL a partir da interface da salmoura com o ar. Borbulhar N<sub>2</sub> na proveta controlando a vazão através de um rotâmetro em 100 L/h durante 2 minutos. Medir o volume de espuma que se forma e o tempo de quebra da mesma (preencher Tabela I). Fotografar o aspecto da solução antes do teste iniciar, após 1 min de borbulhamento e depois do ensaio, conforme figura 1, incluir as fotografias no relatório de análises com comentários e observações ocorridas no ensaio (tamanho de bolhas, características da espuma, formação de borra, etc.). Repetir o mesmo teste, mas sem adicionar o inibidor de corrosão (branco). Reportar os resultados conforme indicado na Tabela I.

O inibidor de corrosão será considerado aprovado no ensaio de formação de espuma quando a altura máxima da espuma (H) durante o borbulhamento não ultrapassar 50% do volume inicial, ou seja, altura máxima total (líquido + espuma) de 150 ml. Após o borbulhamento, o tempo de quebra da espuma deverá ser de até 2 minutos.

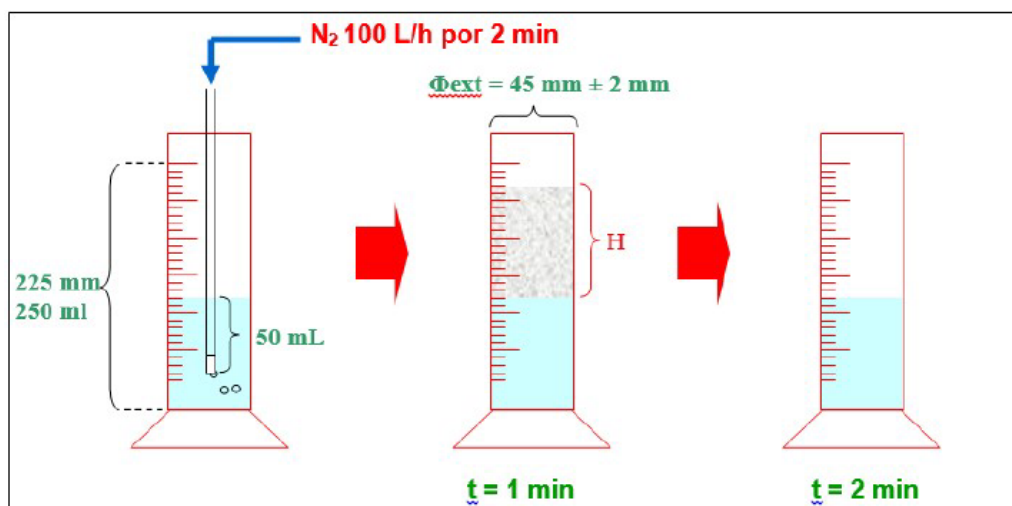


Figura 1 – Desenho esquemático do teste de formação de espuma do inibidor de corrosão. H = altura da espuma.

**Tabela I – Representação dos resultados de avaliação da formação de espuma com inibidor de corrosão**

AMOSTRA	Durante o borbulhamento	Após o borbulhamento			
	Volume de espuma após 1 min	Tempo total de quebra de espuma	Volume de espuma (mL) Após 1min	Volume de espuma (mL) Após 2min	Volume de espuma (mL) Após 5min
Branco					
Inibidor de corrosão					

### ANEXO 2 – Procedimento para avaliação da tendência à formação de emulsão

Colocar em um béquer de 250 ml, 100 ml de uma salmoura contendo 60.000 mg/L de íons cloreto e 500 mg/L de íons bicarbonato (balanço com sódio), e 100 ml de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação, etc.). Adicionar 2mL de ácido acético 75% inibido. Colocar o béquer em um agitador mecânico com hélice de 2 pás ( $\Phi = 40\text{mm}$ , ver figura 2) e misturar por 30 segundos, na velocidade de 2400 RPM (o aumento da velocidade deve ser gradual). Transferir para uma proveta e anotar as alturas das fases água, óleo, em intervalos de tempo de 1min, 5min, 10min, 20min e 1 hora, observando se há a formação de uma terceira fase que caracteriza uma emulsão estável entre as fases água e óleo, ou se há turvação de alguma das fases (figura 2). Fotografar o aspecto da solução nos intervalos de tempo citados e preencher a Tabela II.

O inibidor de corrosão testado deve apresentar pelo menos 90% de quebra de emulsão em relação ao teste “branco” (figura 3), avaliado após 5 minutos depois de interrompido o borbulhamento, com aspecto visual límpido e sem formação de emulsão estável (E = 0, ver figura 3).

Nota 1: a turvação de cada fase separadamente não deve ser considerada formação de emulsão, devendo ser essa característica atribuída à partição do produto.

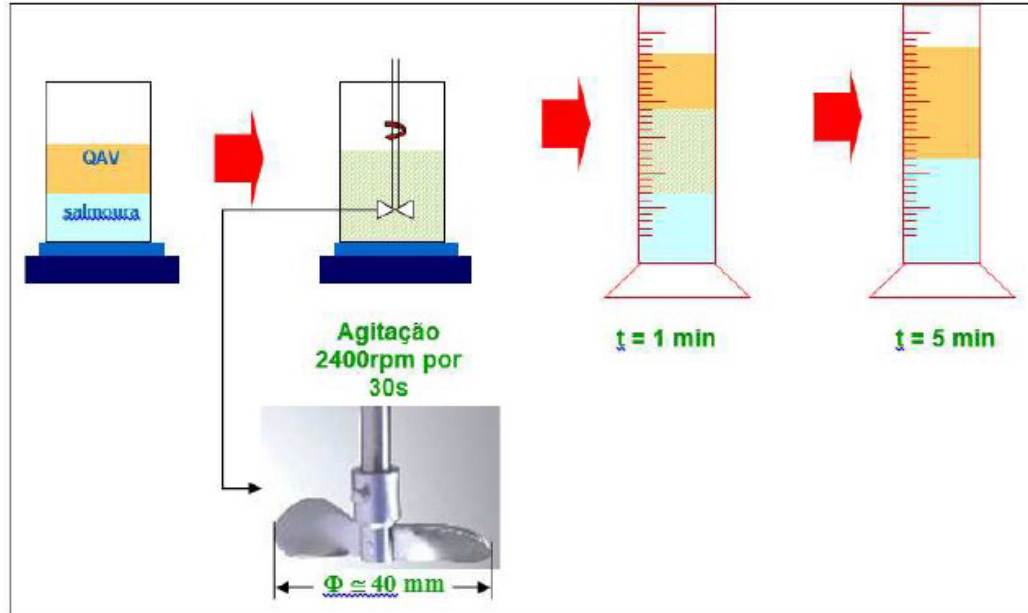


Figura 2 – Desenho esquemático do teste de formação de espuma do inibidor de corrosão. H = altura da espuma.

Tabela II – Representação dos resultados de avaliação da formação de emulsão com inibidor de corrosão

AMOSTRA	Fase (figura 4)	Tempo (min)				
		1	5	10	20	60
BRANCO	A					
	E					
	O					
	% quebra					
	observações					
INIBIDOR	A					
	E					
	O					
	% quebra					
	observações					

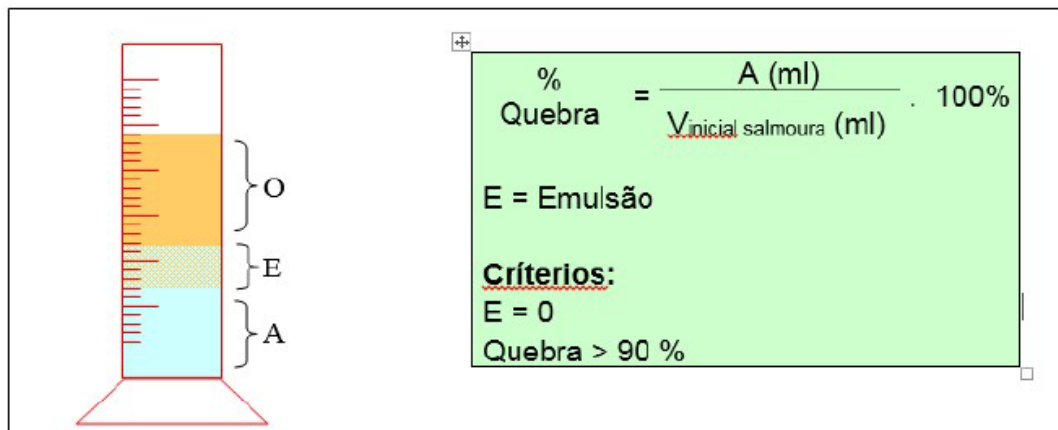



Figura 3 – Representação do critério de avaliação do teste de emulsão: % Quebra = percentual de quebra;  $V_{\text{inicial salmoura}}$  = Volume inicial da fase aquosa; A = fase aquosa; E = emulsão (fase intermediária); O = fase orgânica.

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº	ET-3010.00-1260-010-PNG-082	REV.	A
	TÍTULO:			FOLHA	7 de 8
	ÁCIDO ACÉTICO 75% INIBIDO			PÚBLICO	
GIA-E&P/EAEP/EOPM					

### ANEXO 3 – Procedimento para avaliação da eficiência de inibição

Nesse teste a eficiência do inibidor de corrosão deve ser avaliada em ensaio do tipo “*Bubble Test*” (figura 4), em que a taxa de corrosão do aço carbono deve ser avaliada pelas técnicas de perda de massa e resistência de polarização linear (RPL) conforme norma ASTM G96-5, medidas simultaneamente na mesma célula de teste. Para a avaliação da taxa de corrosão por RPL, o sistema deve ser composto por um eletrodo de trabalho em aço carbono baixa liga, um contra-eletrodo em Hatelloy®, e um eletrodo de referência também em Hatelloy®. Para a avaliação da taxa de corrosão por perda de massa, corpos-de-prova de aço carbono baixa liga devem ser testados em duplicata, e a taxa de corrosão determinada conforme a norma ASTM G31-4.

O ensaio deve ser realizado à pressão atmosférica com borbulhamento contínuo de CO<sub>2</sub>. A fase líquida do ensaio deve ser composta de 70% de uma salmoura contendo 60.000 mg/L de íons cloreto e 500 mg/L de íons bicarbonato (balanço com sódio), e de 30% de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação, etc. A célula de teste deve ser preenchida com as fases aquosa e orgânica, e purgada continuamente com o gás por 3,5 horas, até que o sistema esteja totalmente saturado. Deve ser promovida uma leve agitação no fundo da célula, e a vazão de gás deve ser a máxima possível, sem que haja turbilhonamento entre as fases ou formação de espuma. O pH da fase aquosa deve ser medido durante todo o período de teste.

Devem ser feitos dois testes:

- a) Um teste em branco, ou seja, sem adição de ácido acético 75% inibido: nesse caso, a fase aquosa deve ter o pH ajustado em 5,0 pela adição de ácido acético puro (sem inibidor) na fase orgânica, após a saturação do meio com CO<sub>2</sub> e antes de inserir a sonda de RPL;

Nota 2: para obter uma estimativa da quantidade de ácido acético concentrado necessária para ajustar o pH da fase aquosa do teste em branco, sugere-se realizar um teste prévio em outra célula, contendo somente a salmoura (num volume menor) sob purga contínua de CO<sub>2</sub>.

- b) Um teste com o ácido acético 75% inibido: a dosagem deve ser feita na fase orgânica, após saturação do sistema com CO<sub>2</sub>, antes de inserir a sonda de RPL, e deve ser suficiente para que o pH da fase aquosa seja igual a 5,0.

Nota 3: para obter uma estimativa da quantidade de produto necessária para ajustar o pH da fase aquosa, sugere-se realizar um teste prévio em outra célula, contendo somente a salmoura (num volume menor) sob purga contínua de CO<sub>2</sub>.

Os corpos-de-prova metálicos do teste de RPL devem ser instalados na célula de teste, evitando que entrem em contato com a fase orgânica (sugere-se a inserção dos corpos-de-prova via tubos de Teflon®, conforme demonstrado na figura 4). Iniciar a primeira medição de Resistência de Polarização (Rp) após 30 minutos da inserção dos corpos-de-prova. Aguardar finalizar a determinação do primeiro valor de Rp e inserir os corpos-de-prova de perda de massa. Manter a medição de Rp a cada 30 minutos pelo período de 48 horas.

A eficiência do inibidor de corrosão deve ser calculada pela equação 1:

$$E(\%) = (TCs - TCc) / TCs \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

Onde:

E = eficiência do inibidor de corrosão em %;

TCs = taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio sem ácido acético 75% inibido (branco);

TCc = taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio com ácido acético 75% inibido.

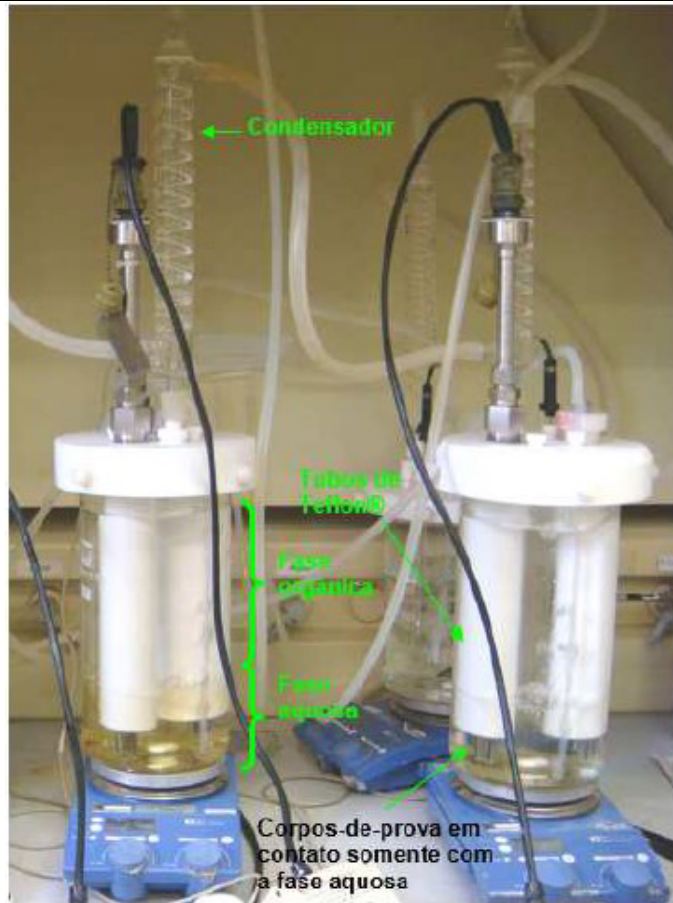


Figura 4 – Exemplo de montagem do ensaio tipo “Bubble Test”.

O produto será considerado aprovado para uso em campo se apresentar eficiência for superior a 90%. Deve ser apresentado no laudo o gráfico com os resultados conforme o exemplo da figura 5.

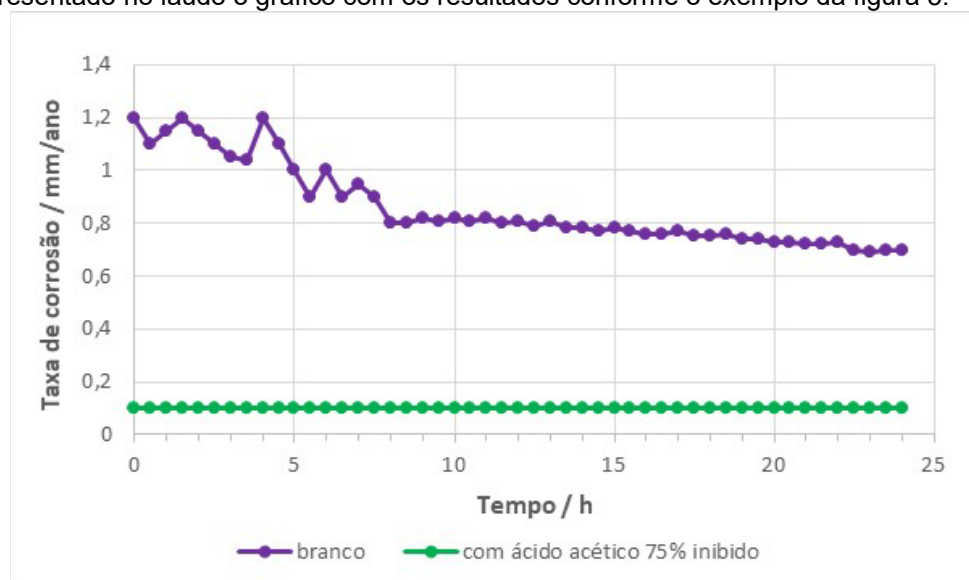


Figura 5 – Exemplo de apresentação de resultados de taxa de corrosão determinada por LPR em meio com inibidor de corrosão e sem inibidor de corrosão (branco).