Empoderando vidas.
Fortalecendo nações.

Apostila de Treinamento Técnico
Operação de Laboratório para Execução de Ensaios químicos segundo AHRI 700 em gases refrigerantes

AHRI CERTIFIED™
www.ahridirectory.org
Reclaimed Refrigerant
AHRI Standard 700

Ministrante: Regis Bassetto – Consultor Técnico/PNUD

RESPONSÁVEIS | IDEALIZADORES

PROGRAMA BRASILEIRO DE ELIMINAÇÃO DOS HCFCs

Projeto para Destinação Final de SDOs

PNUD

Empoderando vidas.
Fortalecendo nações.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE

PÁTRIA AMADA BRASIL
GOVERNO FEDERAL

EQUIPE DO PROJETO

Coordenação: MMA

- Magna Luduvice – Analista Ambiental
- Tatiana Oliveira – Analista Ambiental
- Frank Amorim – Analista Ambiental
- Alex Silva – Agente Adminsitrativ

Implementação: PNUD

- Ana Paula Leal – Gerente de Projetos
- Raquel Rocha – Assessora Técnica
- Rafaela Lamounier – Assistente Técnico de Projeto
- Claonice Araújo – Assistente de Projeto

CONTEÚDO

- Assuntos Regulatórios
- Rotulagem de Produtos Químicos
- Gestão de Resíduos
- Ensaios em Gases Refrigerantes
- Princípios em Cromatografia Gasosa

ASSUNTOS REGULATÓRIOS

Pontos importantes que devem existir na operação de um laboratório de análises químicas.

Administrativo	Operacional	Saúde, Segurança e Meio Ambiente
• Existência de licenças municipais, estaduais e federais de funcionamento (quando aplicáveis)	• Presença de responsável técnico (RT)junto ao conselho regional de classe (CRQ) • Gestão de Produtos Químicos | Estocagem| Compatibilidade Química	• Laudo de Vistoria Corpo dos Bombeiros • Arquivo e gestão de FISPQs/ MSDS • Gestão de Resíduos Gerados • Mapa de produtos controlados (Polícia Civil, Polícia Federal e Exercito) • PPRA e PCMSO

Aqui estão destacados os mais importantes, para cada região/localidade poderá haver incremento de necessidades regulatórias. Para tal, orientamos consultar os órgãos regulatórios competentes de sua região.

ASSUNTOS REGULATÓRIOS

RESPONSÁVEL TÉCNICO - CRQ

Toda Pessoa Jurídica, de Direito Público ou Privado, que desenvolve alguma atividade que exige conhecimentos profissionais na área da Química, deve provar ao Conselho Regional de Química de sua jurisdição que tal atividade é exercida por profissional da Química legalmente habilitado e devidamente registrado no respectivo CRQ, conforme estabelece o artigo 27 da Lei nº 2.800, de 18 de junho de 1956.

Entre os profissionais da Química pertencentes ao seu quadro de colaboradores, a entidade, a que se refere o parágrafo anterior, deverá indicar o Responsável Técnico (RT) perante o Conselho Regional de Química, conforme o previsto na Lei nº 6.839, de 30 de outubro de 1980.

A Responsabilidade Técnica, conforme estabelecem as Resoluções Normativas nos. 12/59 e 133/92, do Conselho Federal de Química (CFQ), é uma posição de comando a ser assumida por Profissional da Química, para conduzir, orientar e se responsabilizar por todas as atividades na área da Química.

RECOMENDAMOS BUSCAR O CRQ DA REGIÃO DE ATUAÇÃO DO CRA PARA FORMALIZAÇÃO DO REGISTRO DO RT

FISPQ | MSDS

FISPQ é a sigla de Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos. Este é um documento normalizado pela ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas, que tem como objetivo fornecer informações sobre vários aspectos dos produtos químicos quanto à segurança, à saúde e ao Meio Ambiente.

De acordo com o Decreto nº 2.657 de 03/07/1998, a FISPQ é um documento obrigatório para a comercialização de produtos químicos. Ela oferece recomendações sobre medidas de proteção e ações em situação de emergência, alertando sobre os perigos e possíveis riscos no manuseio de produtos químicos tóxicos, como o cloro, por exemplo.

A FISPQ fornece algumas informações necessárias para a elaboração de um programa de saúde, segurança e meio ambiente efetivo. Você pode fazer o download da FISPQ dos produtos químicos no site do fornecedor em sua página, bem como requisitar por e-mail.

O fornecimento do mesmo é obrigatório e passível de sanções legais caso isto não ocorra.

MSDS (Master Safety Data Sheet) é a versão em inglês do mesmo documento.

MAPA DE PRODUTOS CONTROLADOS

São produtos enquadrados no regime de controle de Compra, venda, armazenagem e consumo. Todo o processo desde a saída da fábrica até o consumo é acompanhado pelo departamento de controle de produtos químicos do órgão responsável a fim de evitar transações ilegais para o uso final de tais produtos. É necessário relatórios mensais ou trimestrais, de acordo com a legislação de cada órgão, para comparativos de dados.

Apesar da mesma terminologia as esferas de controle têm escopos diferentes de controle, bem como sua fundamentação. No caso da Policia Federal, sua legislação trata do assunto como de combate ao tráfico de drogas. No Exército Brasileiro a legislação remete a necessidade de controle de distúrbios civis, desde a época de 1935. Já na Policia Civil, sua atividade é delegada da legislação do Exército mas com o passar do tempo e as novas legislações ambientais sua atribuição acabou por ter forte apelo no combate de crimes ambientais.

MAPA DE PRODUTOS CONTROLADOS

Competências para a Fiscalização e Controle de Produtos Controlados

Órgão Fiscalizador	Jurisdição	Documento	Validade *
Polícia Federal	Todo território nacional	Certificado de Registro Cadastral	Indeterminado
		Licença de funcionamento	12 meses
Exército Brasileiro	Todo território nacional	CR – Certificado de Registro	2 anos
Polícia Civil	Estadual	Alvará de produtos controlados	Válido por Exército
		Certificado de Vistoria	1 a 3 anos

Recomendamos procurar um despachante especializado em mapa de controle de produtos químicos para obtenção dos certificados, alvarás e licenças.

* Em todos os casos a validade está condicionada a permanecia das informações prestadas.

PPRA

O que é PPRA?

São as iniciais do Programa de Prevenção dos Riscos Ambientais – PPRA. Trata-se de uma legislação federal, especificamente a Norma Regulamentadoras nº 09, emitida pelo Ministério do Trabalho e Emprego no ano de 1994.

O Programa de Prevenção de Riscos Ambientais (PPRA), previsto na Norma Regulamentadora nº 09, visa levantar os riscos (físicos, químicos e biológicos) existentes no ambiente de trabalho e definir medidas de prevenção.

QUAL É O OBJETIVO DO PPRA?

Estabelecer uma metodologia de ação que garanta a preservação da saúde e integridade dos trabalhadores, frente aos riscos dos ambientes de trabalho.

QUAIS SÃO OS RISCOS AMBIENTAIS?

Para efeito do PPRA, os riscos ambientais são os agentes físicos, químicos e biológicos existentes nos ambientes de trabalho que, em função de sua natureza, concentração, intensidade e tempo de exposição, são capazes de causar danos à saúde dos trabalhadores.

PPRA

QUEM ESTÁ OBRIGADO A FAZER O PPRA?

A elaboração e implantação do PPRA são obrigatórias para todos os empregadores e instituições que admitam trabalhadores como empregados, ou seja, 1 funcionário CLT. Não importa grau de risco ou a quantidade de empregados. Assim, tanto um condomínio, uma loja ou uma refinaria de petróleo, todos estão obrigados a ter PPRA, cada um com suas próprias características e complexidade.

Tanto PPRA como PCMSO são partes integrantes do conjunto amplo de iniciativas da empresa que têm como objetivo preservar a saúde e integridade física dos trabalhadores.

Além de ser uma atitude legalmente correta a adotar é uma decisão inteligente. Investimentos em prevenção são financeiramente mais vantajosos do que aqueles resultantes de acidentes e doenças.

QUEM DEVE ELABORAR O PPRA?

São legalmente habilitados os Técnicos de Segurança, Engenheiros de Segurança.

O PPRA É UM DOCUMENTO QUE DEVE SER APRESENTADO À FISCALIZAÇÃO DO MINISTÉRIO DO TRABALHO?

O PPRA é um programa de ação contínua, não é um documento. Já o documento-base gerado quando de sua elaboração e as ações que compõem o programa podem ser solicitados pelo Fiscal. Caso a empresa possua o documento-base e não existam evidencias de que esteja sendo praticado, o Fiscal entenderá que o programa NÃO EXISTE.

PCMSO

O que significa PCMSO?
A sigla PCMSO significa Programa de Controle Médico de Saúde Ocupacional.

Qual a norma que regulamenta o PCMSO?
A Norma Regulamentadora – NR 7 através da Portaria 3214/78 regulamenta o Programa de Controle Médico e Saúde Ocupacional.

Para que serve o PCMSO?
A NR 7 estabelece a obrigatoriedade de elaboração e implementação, por parte de todos os empregadores e instituições que admitam trabalhadores como empregados, do Programa de Controle Médico de Saúde Ocupacional – PCMSO, com o objetivo de promoção e preservação da saúde do conjunto dos seus trabalhadores. É um programa que em conjunto com os demais somará forças em prol da saúde dos trabalhadores. Tem caráter de prevenção, mapeamento precoce e diagnóstico dos agravos a saúde dos trabalhadores, além da constatação dos casos de doenças profissionais ou danos irreversíveis causados por riscos do trabalho ou quaisquer situações ligadas ao ambiente de trabalho. O PCMSO também serve para que a empresa acompanhe através de exames, se ações de segurança tem sido eficientes ou não.

Como ocorre a elaboração do PCMSO?

O PCMSO normalmente é feito com base no PPRA (Programa de Prevenção de Riscos Ambientais). Ele usa os dados coletados na análise do ambiente levantados no PPRA para definir sua estratégia. Como ambos são programas de saúde, devem trabalhar em sintonia. E isso mostra importância do PPRA ser bem elaborado.

Auto de Vistoria do Corpo de Bombeiros

Auto de Vistoria do Corpo de Bombeiros (A. V. C. B.), é o documento emitido pelo Corpo de Bombeiros da Policia Militar do Estado de São Paulo (CBPMESP) certificando que, durante a vistoria, a edificação possuía as condições de segurança contra incêndio (É um conjunto de medidas estruturais, técnicas e organizacionais integradas para garantir a edificação um nível ótimo de proteção no segmento de segurança contra incêndios e pânico.), previstas pela legislação e constantes no processo, estabelecendo um período de revalidação.

Para os CRAs fora do estado de SP recomendamos procurar a corporação local a fim de obter as orientações para cumprimentos de atendimentos aos requisitos legais e técnicos.

ASSUNTOS REGULATÓRIOS

RESPONSÁVEL TÉCNICO - CRQ

A Responsabilidade Técnica não pode ser assumida por Pessoa Jurídica, devendo, no caso de terceirização de algum serviço, ser indicado pela empresa contratada o nome do profissional da Química que será designado para atuar como Responsável Técnico. Nesse caso, a empresa contratada também deverá ser registrada no Conselho Regional de Química.

A Responsabilidade Técnica exige autonomia na tomada de decisões. Assim sendo, a posição hierárquica ocupada pelo profissional da Química deve ser considerada quando da indicação do Responsável Técnico. Caso não haja um profissional com autonomia para tomar decisões referentes a todas as atividades da área Química, deverão ser indicados, como Responsáveis Técnicos, tantos profissionais da Química quanto forem necessários.

A Responsabilidade Técnica tem vigência de vinte e quatro horas por dia, sete dias por semana, independentemente do horário de trabalho do Responsável Técnico.

ROTULAGEM DE REAGENTES | PRODUTOS QUÍMICOS

Recomenda-se a adoção da simbologia de risco da National Fire Protection Association (NFPA), dos EUA, também conhecida como Diagrama de Hommel. Nesta simbologia, cada um dos losangos expressa um tipo de risco, aos quais serão atribuídos graus de risco variando entre 0 e 4.

Os códigos NFPA nos sites recomendados referem-se as substâncias puras. Na rotulagem dos resíduos deverão ser utilizados os códigos das substâncias com características de: danos à saúde (azul), inflamabilidade (vermelho), reatividade (amarelo) e riscos específicos (branco).

Esta simbologia deverá constar nos rótulos de reagentes utilizados para os ensaios, bem como de embalagens de resíduos gerados pelo CRA.

A seguir está demonstrada a simbologia com a explicação.

ROTULAGEM DE REAGENTES | PRODUTOS QUÍMICOS

Riscos à Saúde

4 - Letal

3 - Muito Perigoso

2 - Perigoso

1 - Risco Leve

0 - Material Normal

Riscos Específicos

OX - Oxidante

ACID - Ácido

ALK - Álcali (Base)

COR - Corrosivo

W - Não misture com água

Inflamabilidade

4 - Abaixo de 23ºC

3 - Abaixo de 38ºC

2 - Abaixo de 93ºC

1 - Acima de 93ºC

0 - Não queima

Reatividade

4 - Pode explodir

3 - Pode explodir com choque mecânico ou calor

2 - Reação química violenta

1 - Instável se aquecido

0 - Estável

ESTOCAGEM E MANUSEIO DE PRODUTOS QUÍMICOS

Muitos riscos potenciais são associados com a estocagem e manuseio de materiais usados em laboratório químico. Estes riscos sempre existirão, mas os acidentes podem ser eliminados por maior conhecimento das propriedades dos materiais estocados e manuseados: planejando procedimentos de segurança para estocagem e segurança e informando todas as pessoas que entrarão em contato com estes materiais dos riscos envolvidos e as medidas de segurança que devem ser tomadas.

O grande número de problemas de estocagem em laboratório químico deve-se à diversidade de produtos químicos que devem ser estocados. A estocagem descuidada associada com a falta de planejamento e controle é um convite para acidentes pessoais e danos materiais. Por outro lado, uma área de estocagem cuidadosamente planejada e supervisionada pode prevenir muitos acidentes.

ESTOCAGEM E MANUSEIO DE PRODUTOS QUÍMICOS

Os produtos químicos que necessitam estocagem podem ser sólidos, líquidos e gasosos, podem estar contidos em embalagens de papel, plástico, vidro ou metal que podem ser caixas, garrafas, cilindros ou tambores. A natureza de cada produto pode ser considerada individualmente ou em relação a outros produtos estocados na mesma área.

Para facilitar as considerações feitas anteriormente, os produtos químicos podem ser agrupados nas seguintes categorias gerais: Inflamáveis; Tóxicos; Explosivos; Agentes Oxidantes; Corrosivos; Gases Comprimidos; Produtos sensíveis à água; Produtos incompatíveis.

Recomendamos que a estocagem de reagentes e resíduos sigam as orientações contidas na tabela a seguir.

ESTOCAGEM E MANUSEIO DE PRODUTOS QUÍMICOS

ARMAZENAMENTO POR INCOMPATIBILIDADE QUÍMICA

			Ácidos Inorgânicos	Ácidos Oxidantes	Ácidos Orgânicos	Álcalis Inorgânicos (Bases)	Álcalis orgânicos (Bases)	Oxidantes Inorgânicos	Oxidantes Orgânicos	Tóxicos, inorgânicos	Tóxicos, orgânicos	Reativos com a água	Solventes orgânicos
		Compatibilidade por cor											
Ácidos Inorgânicos					X	X	X			X	X	X	X
Ácidos Oxidantes					X	X	X			X	X	X	X
Ácidos, Orgânicos			X	X		X	X	X	X	X	X	X	
Álcalis Inorgânicos (Bases)			X	X	X						X	X	X
Álcalis orgânicos (Bases)			X	X	X						X	X	X
Oxidante Inorgânico					X	X	X				X	X	X
Oxidante Orgânicos						X	X					X	X
Tóxicos inorgânicos			X	X	X			X	X			X	X
Tóxicos orgânicos			X	X	X	X	X	X	X			X	
Reativos com a água			X	X	X	X	X	X	X	X	X		X
Solvente orgânico			X	X		X	X	X	X	X		X	

X - Incompatível

GESTÃO DE RESÍDUOS QUÍMICOS

O gerenciamento de resíduos é fundamentado na norma da ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, NBR 10.004:2004, sobre classificação de resíduos sólidos; bem como na resolução do CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente Nº 357, de 17 de março de 2005.

O funcionamento dos CRAs deve priorizar a gestão eficiente dos resíduos químicos gerados e garantir um trabalho pleno em conjunto com os atores sociais envolvidos e seus responsáveis, bem como técnicos, despertando-os para a necessidade de se desenvolver as rotinas dos laboratórios com a responsabilidade de se destinar corretamente os resíduos perigosos gerados, seja na minimização efetuada na própria atividade geradora, seja na segregação e encaminhamento desses resíduos à empresa especializada para o devido tratamento, armazenamento e destinação final.

As normas orientam a comunidade técnica quanto aos procedimentos adequados para segregação, identificação, transporte e coleta de resíduos químicos perigosos. Sua aplicação visa apoiar a gestão dos resíduos e aumentar a sua eficácia além de subsidiar a análise por parte de seus gestores e responsáveis técnicos, no tocante ao correto manejo desses resíduos.

GESTÃO DE RESÍDUOS QUÍMICOS

•Categorias de Resíduos

• os resíduos devem ser segregados por categorias de acordo com suas características físico-químicas, periculosidade e compatibilidade.

•Resíduos químicos

• material (substância ou mistura de substâncias) com potencial de causar danos a organismos vivos, materiais, estruturas ou ao meio ambiente; ou ainda, que pode tornar-se perigoso por interação com outros materiais.

•Resíduos potencialmente perigosos

• são aqueles que apresentam toxicidade, reatividade, corrosividade, inflamabilidade, explosividade, radiatividade, patogenicidade (excluindo os esgotos sanitários), e outras características que possam colocar em risco a saúde humana e o meio ambiente. Encontra-se nesta categoria de resíduos aqueles que podem ser enquadrados como Classe I, segundo a legislação e normas ambientais vigentes (NBR10.0004:2004).

Segregação de resíduos perigosos

• Boas práticas de gestão de resíduo preconizam que devem ser definidas categorias de resíduos considerando-se as características físico-químicas, periculosidade, compatibilidade e destinação final dos resíduos.

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

Documentos AHRI 700	Apêndice B	Listagem de Equipamentos Essenciais
	Apêndice C	Procedimentos de Amostragem e Ensaios para Certificação AHRI
	Apêndice D	Cromatogramas
	Adendo 1	Especificação de Gases Refrigerantes

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

A. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 1

B. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁGUA
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 2

C. DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO DE PE
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 3

D. DETERMINAÇÃO DE CLORETOS
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 4

E. DETERMINAÇÃO DE GASES NÃO CONDENSÁVEIS
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 5

F. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R11
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 6

G. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R12/R22
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 7

H. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R123
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 8

I. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R22/R134a/R141b
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 9

J. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R22, R134a e R141b
2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 10

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

A. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 1

PRINCÍPIO DO MÉTODO

Uma quantidade conhecida de uma amostra de refrigerante líquido é adicionada ou borbulhada através de um solvente de extração que é uma mistura de tolueno, isopropanol e água à qual foi adicionado indicador azul de bromotimol. A acidez conferida ao solvente de extração pela quantidade da amostra é titulada com hidróxido de potássio padronizado para o ponto final do indicador. A acidez é relatada em ppm como HCl.

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.AC.P1 - Determinação de Acidez

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

A. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 1

Reagentes	Vidrarias	Equipamentos e Materiais
• Ácido sulfúrico grau reagente • Hidróxido de potássio grau reagente • Indicador azul de bromotimol sal sódico • Isopropanol grau reagente • Metanol absoluto • Metanol grau reagente • Sílica Gel • Tolueno grau reagente	• Balão Volumétrico de 1L • Béquer 1L • Bureta de 10mL com graduação de 0,05mL • Dessecador • Erlenmeyer de 250mL • Frasco conta gotas • Frasco reagente em vidro com tampa em polipropileno • Pipeta graduada 10mL • Pipeta graduada 5mL • Pipeta Pasteur • Proveta de 1000mL com tampa • Proveta de 100mL	• Agitador magnético • Balança de precisão • Barra magnética • Equipamento para obtenção água ultrapura • Estufa • Pescador magnético • Pipetador de borracha • Sistema de amostragem específico para Acidez • Soprador Térmico • Suporte Universal

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.AC.P1 - Determinação de Acidez

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

B. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁGUA

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 2

PRINCÍPIO DO MÉTODO

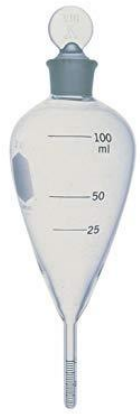
A titrimetria de Karl Fischer (KF) é baseada na reação redox de água, iodo e dióxido de enxofre:

$H_2O + I_2 + SO2 \rightarrow 2HI + SO_3$

O solvente é tipicamente uma mistura de metanol e uma base orgânica fraca (imidazol, piridina, etc.) como base servindo para neutralizar os produtos da reação. Na titulometria KF coulométrica, o iodo é gerado na ânodo em proporção direta à quantidade de água introduzida, e o ponto final é detectado biamperametricamente como a primeira aparição do excesso de I_2 livre. O refrigerante adicionado eventualmente evapora; portanto, o solvente pode ser usado repetidamente até que o SO_2 ou a solução base seja consumida.

Ensaio não contemplado neste projeto.

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES



C. DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO DE PE

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 3

PRINCÍPIO DO MÉTODO

O resíduo de ponto de ebulição, também chamado de resíduo não volátil, é determinado pela evaporação de uma quantidade conhecida de refrigerante em um bulbo Goetz a uma temperatura ambiente ou elevada. O resíduo restante é então medido visualmente ou pesado. Antes da evaporação, o volume medido de refrigerante líquido é visualmente examinado quanto à presença de materiais insolúveis, como fibras de empacotamento, ferrugem, sujeira, etc. O resíduo de amostras de alta pressão é redissolvido em um solvente limpo, agitado e, em seguida, examinado visualmente. quaisquer partículas insolúveis.

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PE.P3 - Determinação de Residuo de Ponto de Ebulição

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

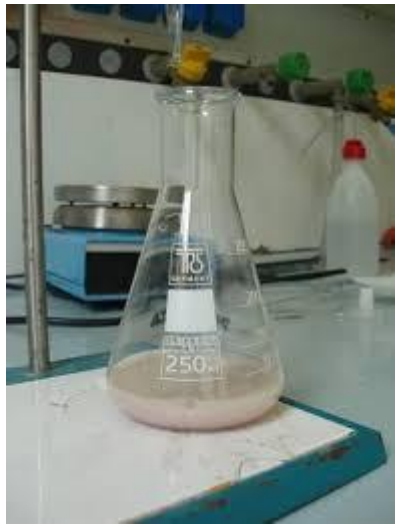
C. DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO DE PE

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 3

Reagentes	Vidrarias	Equipamentos e Materiais
• Acetona grau reagente • Isopropanol grau reagente • Óleo de silicone • Pérolas de carbeto de silício • Triclorofluormetano – R11 • Sílica Gel	• Balão Volumétrico de 500mL • Frasco reagente em vidro com tampa em polipropileno • Tubo de Goetz de 100mL	• Balança de precisão • Banho termostatizado • Cápsula de alumínio • Dessecador • Estufa • Pinça metálica • Refrigerador

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo: 700.14.PE.P3 - Determinação de Residuo de Ponto de Ebulição

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES



D. DETERMINAÇÃO DE CLORETOS

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 4

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A determinação qualitativa de cloreto em refrigerantes é baseada na precipitação do ânion cloreto como cloreto de prata.

O refrigerante é adicionado a uma solução de nitrato de prata em metanol. A turbidez visual indica a presença de cloreto e é relatada como "falha". Se não houver turbidez, o cloreto está dentro dos limites aceitáveis e é relatado como "passa no teste".

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.CL.P4 - Determinação de Cloretos

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

D. DETERMINAÇÃO DE CLORETOS

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 4

Reagentes	Vidrarias	Equipamentos e Materiais
• Ácido nítrico • Metanol anidro grau reagente • Metanol grau reagente • Nitrato de Prata grau reagente • Sílica Gel	• Béquer 100mL • Béquer 250mL • Dessecador • Bastão de Vidro	• Agitador magnético • Balança de precisão • Barra Magnética • Espátula com colher • Estufa • Pescador Magnético • Sistema de amostragem específico para Cloretos • Soprador Térmico

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.CL.P4 - Determinação de Cloretos

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

E. DETERMINAÇÃO DE GASES NÃO CONDENSÁVEIS

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 5

PRINCÍPIO DO MÉTODO

O gás não condensável (GNC) é medido no espaço de vapor acima da fase líquida do refrigerante por cromatografia gasosa isotérmica usando um detector de condutividade térmica (TCD) e uma calibração padrão externa. Por definição, o GNC inclui gases como oxigênio e nitrogênio (ar), dióxido de carbono, argônio e monóxido de carbono. No entanto, na amostra típica de refrigerante, o ar é o único GNC presente em quantidades significativas e os outros gases não são analisados rotineiramente. O equilíbrio do GNC entre as fases de líquido refrigerante e vapor é dependente da temperatura e correções de temperatura de amostra apropriadas são aplicadas para relatar os resultados na temperatura de especificação de 24,0 ° C [75,2 ° F].

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.GNC.P5 - Determinação de Gases Não Condensáveis

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

F. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R11

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 6

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A pureza orgânica do R-11 em gases novos e recuperados é determinada por cromatografia gasosa usando uma coluna empacotada e detector de ionização de chama (FID).

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PUR.P6 - Determinação de Pureza R11

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

G. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R12/R22

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 7

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A pureza dos refrigerantes é determinada por cromatografia em fase gasosa utilizando uma coluna empacotada. Componentes separados são detectados usando um detector de ionização de chama (FID) ou um detector de condutividade térmica (TCD).

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PUR.P7 - Determinação de Pureza R12 e R22

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

H. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R123

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 8

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A pureza orgânica do R-123 em gases novos e recuperados é determinada por cromatografia gasosa de coluna capilar, os isômeros R-123 e R-113 são determinados isotermicamente usando uma coluna empacotada.

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PUR.P8 - Determinação de Pureza R123

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

I. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R22/R134a/R141b

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 9

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A pureza orgânica dos gases novos e recuperados R-22, R-32, R-113, R-134a, R-141b, R-142b e R-245fa é determinada por cromatografia gasosa usando colunas capilares com um detector de ionização de chama (FID). O procedimento de coluna capilar é usado pois algumas das impurezas não são bem separadas pelo método de coluna compactada. Para o R-22, é devido a sobreposição do pico com o R-31 no método de coluna compactada (Parte 7), o R-31 é determinado separadamente por este método capilar.

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PUR.P9 - Determinação de Pureza R22 e R141b

ENSAIOS EM GASES REFRIGERANTES

J. DETERMINAÇÃO DE PUREZA R22, R134a e R141b

2008 Appendix C to AHRI Standard 700-2014 – Part 10

PRINCÍPIO DO MÉTODO

Os componentes de mistura de refrigerantes das séries 400 e 500 são separadas por cromatografia gasosa utilizando uma coluna compactada. Os componentes separados são detectados usando um detector de condutividade térmica (TCD).

Para detalhamento e execução do ensaio consultar o documento em anexo:
700.14.PUR.P10 - Determinação de Pureza R22, R134a e R141b

CROMATOGRAFIA GASOSA (CG)

em Inglês

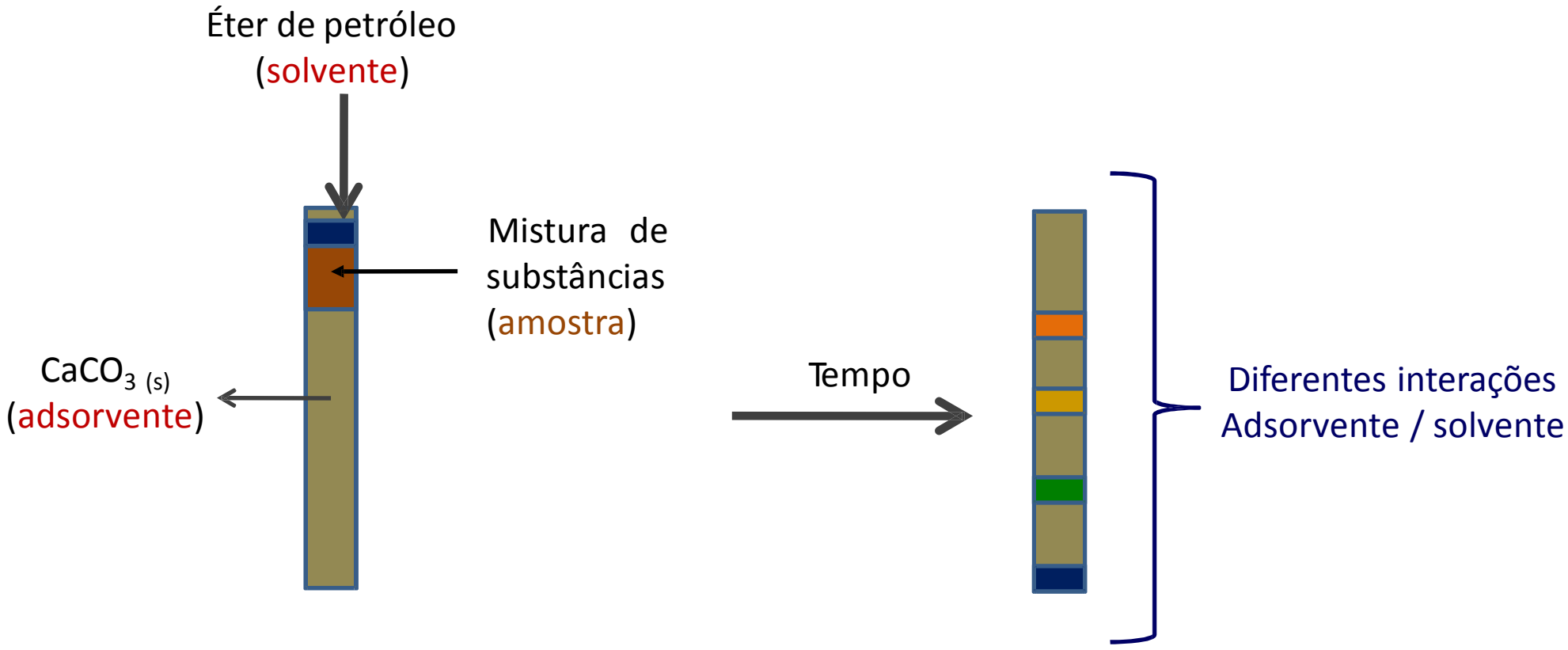
Kroma = cor
Graphia = escrever
(Grego)

1903 – 1906:

M Tsweet coloriu uma coluna de $CaCO_3$ com uma mistura de pigmentos vegetais

No início da cromatografia

Mistura de substâncias coloridas (caroteno, clorofila e xantofila) foi separada :



Princípio da cromatografia

Interação diferenciada de substâncias diferentes com uma

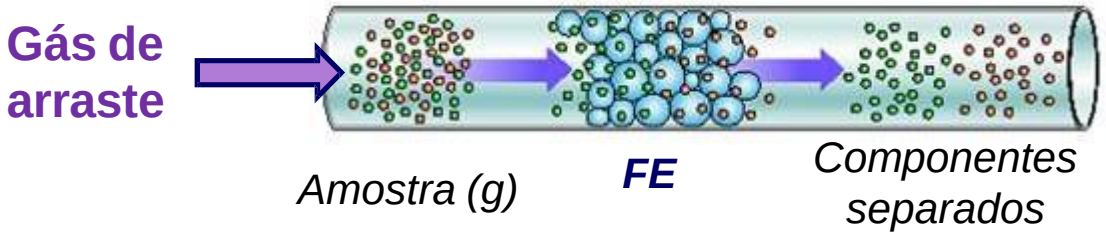
FASE ESTACIONÁRIA e uma FASE MÓVEL

sólido
ou
líquido

líquido ⟹ ***Crom. líquida***
ou
gás ⟹ ***Crom. gasosa***

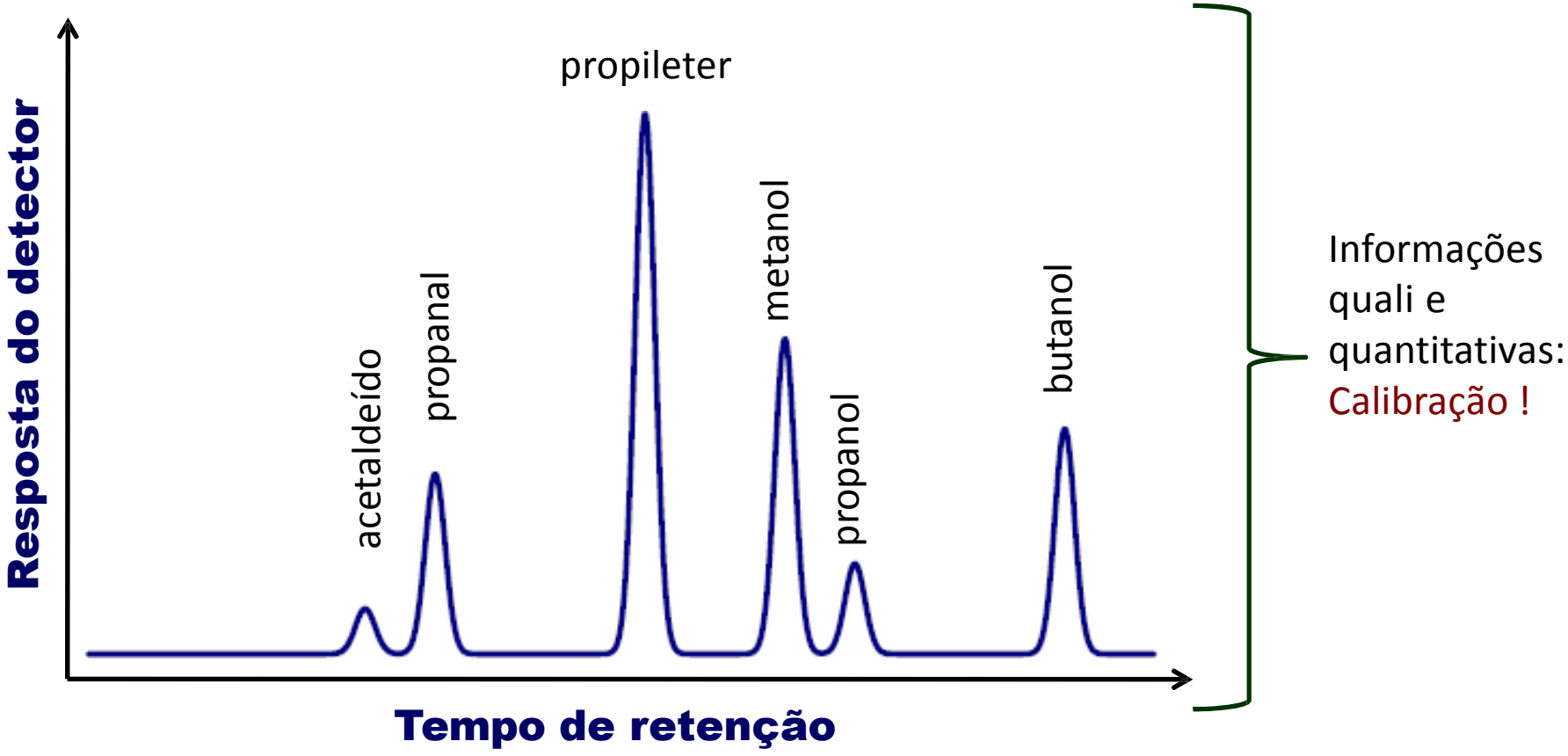
Início da CG: 1952

Analisar gases e substâncias voláteis
(termicamente estáveis e com PE de até 300 ^{o}C)



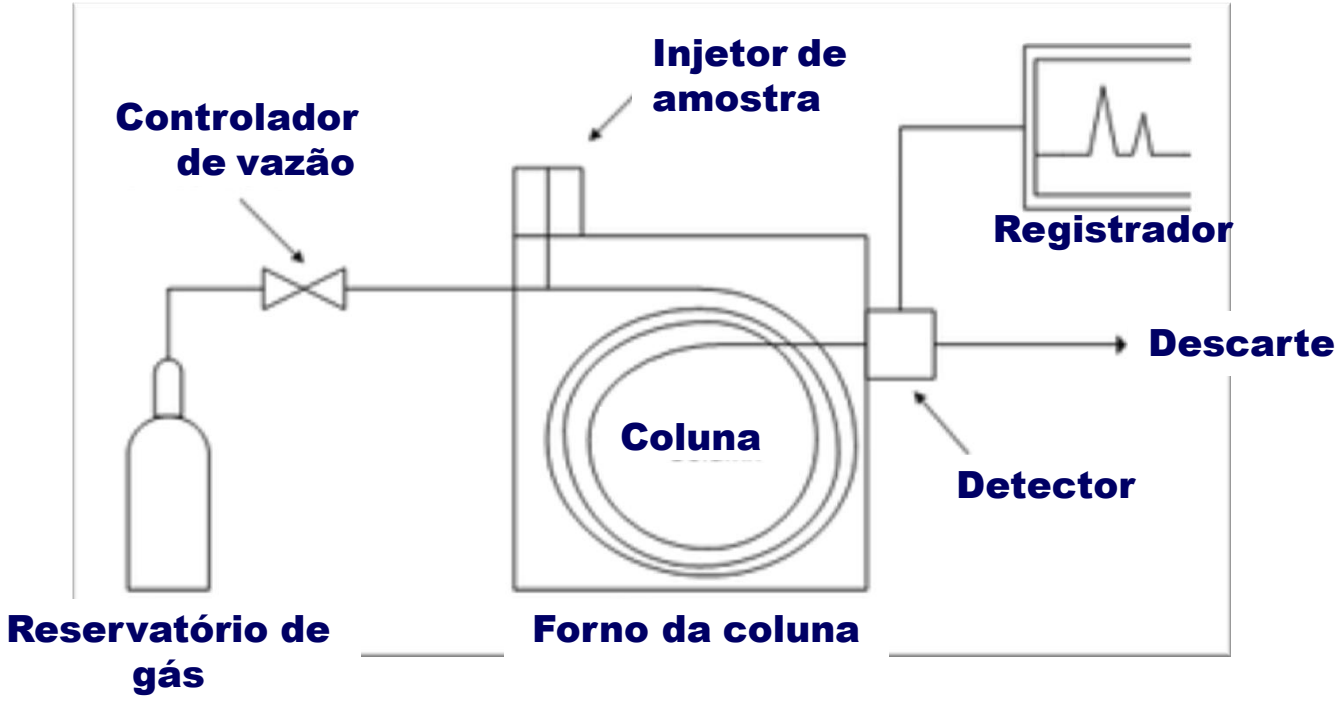
O sinal analítico em CG

Medida em função do tempo → CROMATOGRAMA



Diferentes espécies → SAEM DA COLUNA em tempos diferentes:
tr (tr= tempo de retenção)

Configuração instrumental



<u>Componentes básicos</u> de um Cromatógrafo gasoso:

Reservatório - Injetor - Coluna - Forno - Detector-Registrador de gás

→ Cada componente: Função no processo analítico

GÁS DE ARRASTE

Gás de arraste (alta pureza, ≥ 99,995%)
não interage com a amostra

- argônio, hélio, hidrogênio e nitrogênio
  - gases inertes
  - compatíveis com os detectores
- hélio e nitrogênio são os mais usados

FILTRO
sílica gel ou
peneira molecular

- Garantir a pureza

CONTROLADOR DE VAZÃO

- Manutenção de vazão constante

Injetor

Amostra → **Injetor**

- "vaporizador"
-50 ^{0}C acima do PE do analito menos volátil

Líquida

Gás

Sólido

→ **Introdução direta (uL, mL ou ug *)**

*** Vaporização em injetores próprios***

→ **Solução**

→ **Extração**

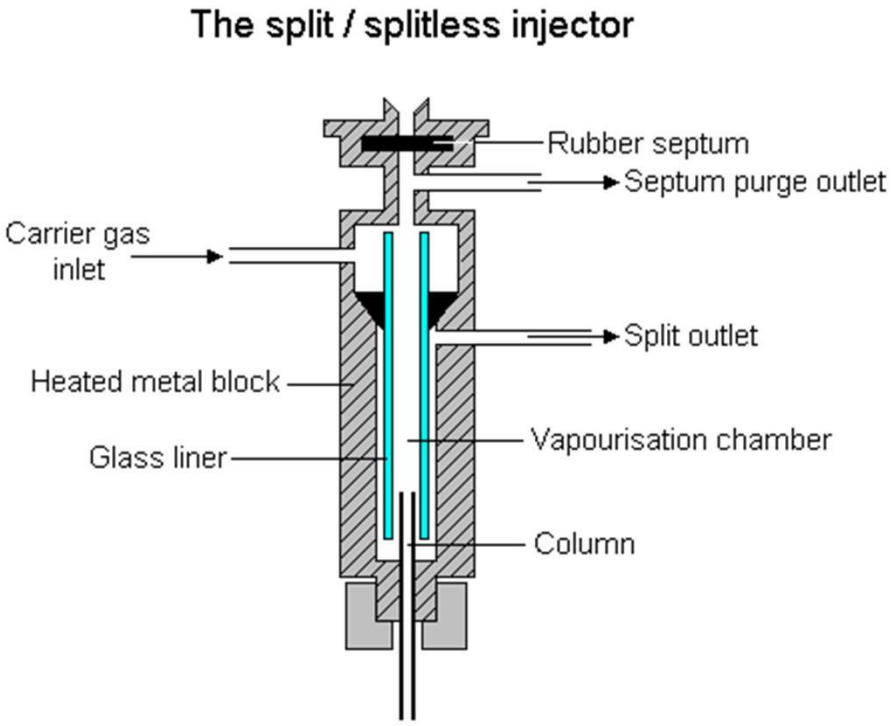
→ Microextração em fase sólida

→ **Extração por *Headspace***

→ Extração por purga ou aprisionamento

(purga recipiente → fibra)

ENTENDENDO O INJETOR split-splitless



ALGUMAS CARACTERÍSTICAS:

- Muito utilizado (colunas capilares)
- Repetibilidade no modo *spliter* é menor

Coluna

Separa os constituintes da amostra → Aquecimento

(enrolada: posicionada dentro do forno)

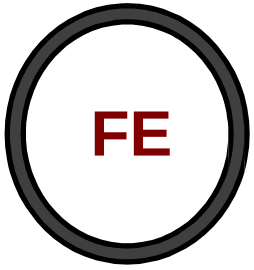
Aço inox ou Cobre
0 = 3 – 6 mm
L = 0,5 – 5,0 m
FE: sólido ou
líq. sobre sól.

Material metálico
0 = 0,1 – 0,5 mm
L = 5 – 100 m
FE:
líq. sobre sól.

(de alto PE)

Empacotada

Capilar



Polar: polifenóis
Apolar: hidrocarbonetos saturados
"Intermediária": cetonas e ác. carb.

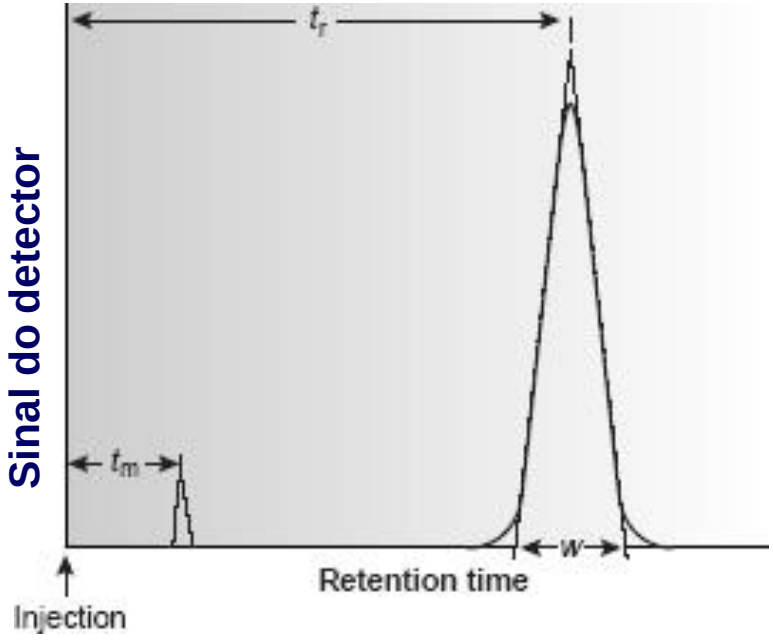
MAIS USADA
-menor capacidade de amostra
- melhor resolução

EFICIÊNCIA DA COLUNA

Etapas de equilíbrio entre o soluto na FE e o soluto na FM

- **Número de pratos teóricos: N**

$$N = 16\left[\frac{tr}{W}\right]^2$$



Tempo de retenção

- **Quanto maior o número de etapas, mais eficiente é a separação**
  - Não implica em rapidez ! (Altura do prato (H): ***H= L / N***)

L= comprimento da coluna

DETECTORES

Detecção dos componentes conforme saem da coluna → UM PICO no cromatograma para CADA SUBSTÂNCIA

Posicionado após a coluna

Também fica aquecido (evitar condensação)

Diferentes tipos de detectores podem ser usados

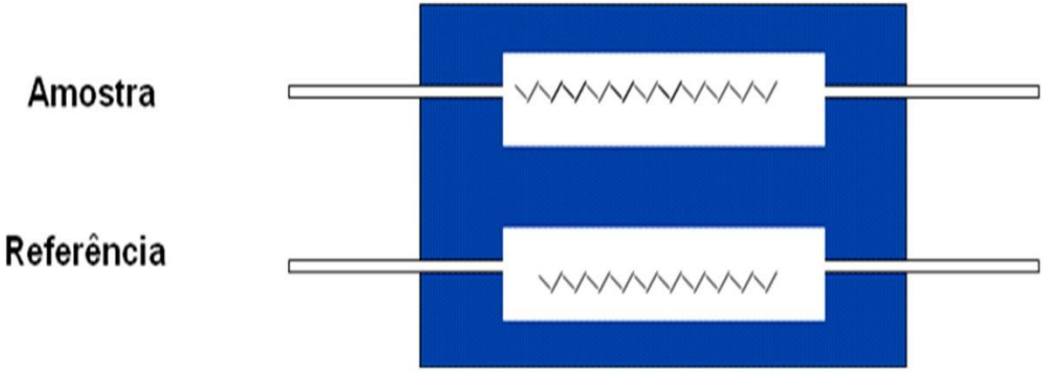
Universais
Respondem para qualquer substância

Seletivos
Respondem para substâncias com determinadas propriedades

Específicos
Respondem para substâncias com determinado elemento ou grupo funcional

Principais detectores usados em CG

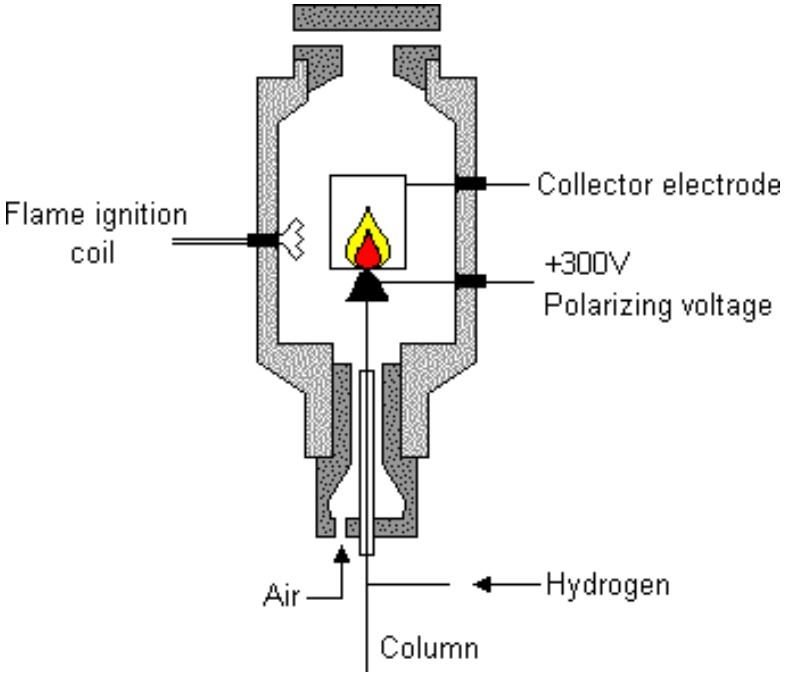
- Detector de condutividade térmica (TCD): universal
- Medida baseada na condutividade térmica de um filamento de W



- Não é destrutivo
- Não compatível com gases oxidantes
- Menos sensível
- Importante para substâncias que não geram sinal em outros detectores, como CO2

Principais detectores usados em CG

Detector por ionização em chama (FID): seletivo – universal
Medida baseada na variação de uma corrente devido à influência de íons e elétrons formados numa chama de H2/ar

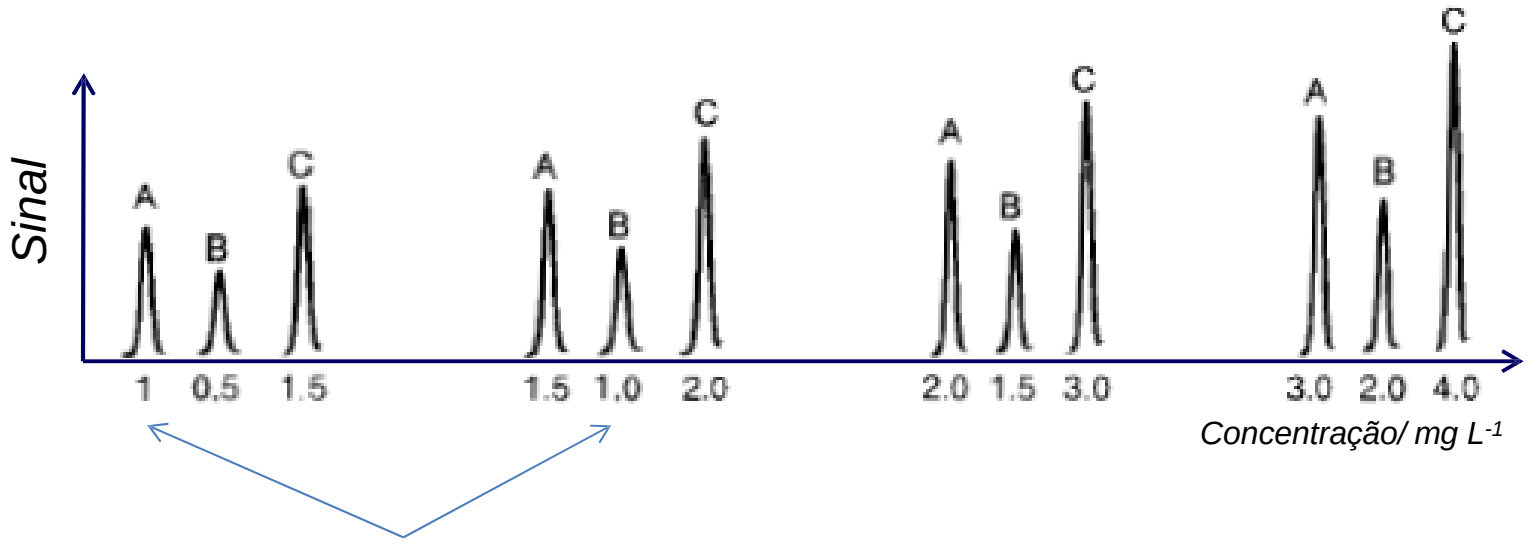


- Destrutivo
- Resposta apenas a compostos orgânicos que se ionizam na chama
- Não detecta água € aplicação importante: poluentes em água

Análise quantitativa

Necessidade de calibração

Quantidades iguais de substâncias diferentes geram picos cromatográficos com áreas diferentes



Relaciona-se as áreas dos picos com as concentrações correspondentes

Análise de PADRÕES e AMOSTRAS nas MESMAS CONDIÇÕES

Considerações

CG: TÉCNICA RELATIVAMENTE SIMPLES MAS exige escolha cuidadosa da configuração instrumental (injetor, coluna, detector), condições instrumentais devem ser otimizadas, (vazão do gás, temperatura, necessidade de PI, ...)

USANDO DETECTORES NÃO DESTRUTIVOS, o eluato ainda pode ser reanalisado: acopla-se à saída do detector um outro instrumento (hifenação) Ex: GC-MS (Espectrômetro de massas como “detector”)

Medida baseada na razão massa-carga das substâncias que saem da coluna → confirmação de resultados e aumento da sensibilidade