

Notas Explicativas da Nomenclatura Combinada da União Europeia

(2016/C 357/04)

Nos termos do artigo 9.º, n.º 1, alínea a), do Regulamento (CEE) n.º 2658/87 do Conselho ⁽¹⁾, as Notas Explicativas da Nomenclatura Combinada da União Europeia ⁽²⁾ são alteradas do seguinte modo:

Na página 138, o anexo A das Notas Explicativas do capítulo 27 passa a ter a seguinte redação:

«ANEXO A

MÉTODO PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR EM CONSTITUINTES AROMÁTICOS NOS PRODUTOS CUJO PONTO FINAL DE DESTILAÇÃO SE SITUA ACIMA DE 315 GRAUS CELSIUS**1. Âmbito de aplicação**

O presente método de ensaio tem por objetivo a determinação do teor em constituintes aromáticos e não aromáticos nos óleos minerais.

2. Definição

- 2.1. Constituintes aromáticos: a parte da amostra dissolvida num solvente e adsorvida pelo gel de sílica. Os constituintes aromáticos podem incluir: hidrocarbonetos aromáticos, compostos aromáticos-nafténicos condensados, olefinas aromáticas, asfaltenos, compostos aromáticos contendo enxofre, azoto, oxigénio e aromáticos polares.
- 2.2. Constituintes não aromáticos: a parte da amostra que não é adsorvida no gel de sílica e que é eluída com solvente (hidrocarbonetos não aromáticos, por exemplo).

3. Princípio do método

A amostra, dissolvida em *n*-pentano, submete-se à infiltração numa coluna cromatográfica especial, cheia de gel de sílica. Os constituintes não aromáticos, eluídos com solvente, são, em seguida, recolhidos e doseados por pesagem depois da evaporação do solvente.

As amostras insolúveis em *n*-pentano são dissolvidas em ciclo-hexano.

4. Aparelhos e reagentes

Coluna cromatográfica: constituída por um tubo de vidro cujas dimensões e forma figuram no desenho seguinte. A abertura superior deve poder fechar-se mediante uma junta de vidro cuja superfície plana despolida se ajuste à parte superior da coluna por meio de dois anéis metálicos revestidos de borracha. O fecho deve ser perfeitamente estanque de forma a poder aplicar-se uma pressão de azoto ou de ar.

Gel de sílica: granulometria igual ou superior a 200 mesh. Antes de ser utilizado, deve ser ativado numa estufa a 170 graus Celsius durante sete horas e ser conservado num exsiccador para resfriamento. Após a ativação, o gel de sílica deve ser utilizado no espaço de poucos dias.

Solvente I n-pentano: com um grau de pureza de 95 % no mínimo, isento de substâncias aromáticas.

Solvente II ciclo-hexano: com um grau de pureza de 98 % no mínimo, isento de substâncias aromáticas.

5. Procedimento 1 (coluna cromatográfica 1)

Preparação da solução de amostra: dissolver uma quantidade de cerca de 3,6 g (exatamente pesados) da amostra em 10 ml de *n*-pentano (I). Se a amostra for insolúvel em *n*-pentano, dissolvê-la em ciclo-hexano e a determinação efetua-se, então, com ciclo-hexano (II) e não com *n*-pentano (I).

Encher a coluna cromatográfica (coluna cromatográfica 1) com gel de sílica previamente ativado, até cerca de 10 cm do balão superior de vidro, comprimindo, com cuidado, o conteúdo da coluna por meio de um vibrador, para não se deixarem canalículos. Colocar, em seguida, um tampão de lã de vidro na parte superior da coluna de gel de sílica.

Humedecer previamente o gel de sílica com 180 ml de solvente (I) ou (II) e exercer pela parte superior uma pressão de ar ou de azoto até que o nível superior do líquido alcance o nível superior do gel de sílica.

Eliminar com precaução a pressão no interior da coluna e introduzir uma quantidade de cerca de 3,6 g (exatamente pesados com uma precisão de 2 casas decimais) da amostra dissolvida em 10 ml de solvente (I) ou (II), lavar em seguida o copo com 10 ml de solvente (I) ou (II), que se introduzem igualmente na coluna.

⁽¹⁾ Regulamento (CEE) n.º 2658/87 do Conselho, de 23 de julho de 1987, relativo à nomenclatura pautal e estatística e à pauta aduaneira comum (JO L 256 de 7.9.1987, p. 1).

⁽²⁾ JO C 76 de 4.3.2015, p. 1.

Aumentar progressivamente a pressão fazendo cair gota a gota o líquido do tubo capilar inferior da coluna, a uma velocidade de cerca de 1 mililitro por minuto, e recolher esse líquido num balão de ensaio de 500 ml.

Quando o nível do líquido que contém a substância a separar alcança o nível superior do gel de sílica, suspender de novo a pressão com precaução e adicionar 230 ml de solvente (I) ou (II), exercer nesse momento de novo a pressão e fazer descer o nível do líquido até ao nível superior do gel de sílica, recolhendo o eluato no mesmo balão.

Antes de o nível do líquido que contém a substância a separar alcançar o nível superior do gel de sílica, verificar o eluato, utilizando FT-IR para a presença de aromáticos. Se o eluato contiver apenas hidrocarbonetos alifáticos, adicionar novamente 50 ml de solvente (I) ou (II) após eliminar a pressão. Repetir esta etapa, se necessário.

Evaporar a fração recolhida, até um pequeno volume, numa estufa, a cerca de 35 °C e no vácuo ou num evaporador rotativo no vácuo ou num aparelho semelhante; efetuar em seguida um transvasamento quantitativo numa proveta de vidro graduada, utilizando mais solvente (I) ou (II).

Evaporar o conteúdo da proveta numa estufa, no vácuo, a 35 °C até peso constante (P). A diferença entre os dois últimos pesos não deverá ser superior a 0,01 g. As duas pesagens deverão ser espaçadas de 30 minutos, no mínimo.

A percentagem em peso dos constituintes não aromáticos (A) obtém-se aplicando a seguinte fórmula:

$$A = P/P_1 * 100$$

em que P₁ representa o peso da amostra submetida à análise.

A diferença relativamente a 100 representa a percentagem de constituintes aromáticos absorvidos pelo gel de sílica.

6. Precisão do método

Repetibilidade: 5 %.

Reprodutibilidade: 10 %.

7. Procedimento 2 (coluna cromatográfica 2)

Preparação da solução de amostra: dissolver uma quantidade de cerca de 0,9 g (exatamente pesados) da amostra em 2,5 ml de *n*-pentano (I). Se a amostra for insolúvel em *n*-pentano, dissolvê-la em ciclo-hexano e a determinação efetua-se, então, com ciclo-hexano (II) e não com *n*-pentano (I).

Encher a coluna cromatográfica (coluna cromatográfica 2) com gel de sílica previamente ativado, até cerca de 2,5 cm do balão superior de vidro, comprimindo, com cuidado, o conteúdo da coluna por meio de um vibrador, para não se deixarem canalículos. Colocar, em seguida, um tampão de lã de vidro na parte superior da coluna de gel de sílica.

Humedecer previamente o gel de sílica com 45 ml de solvente (I) ou (II) e exercer pela parte superior uma pressão de ar ou de azoto até que o nível superior do líquido alcance o nível superior do gel de sílica.

Eliminar com precaução a pressão no interior da coluna e introduzir uma quantidade de cerca de 0,9 g (exatamente pesados com uma precisão de 2 casas decimais) da amostra dissolvida em 2,5 ml de solvente (I) ou (ii), lavar em seguida o copo com 2,5 ml de solvente (I) ou (ii), que se introduzem igualmente na coluna.

Aumentar progressivamente a pressão fazendo cair gota a gota o líquido do tubo capilar inferior da coluna, a uma velocidade de cerca de 1 ml por minuto, e recolher esse líquido num balão de ensaio de 250 ml.

Quando o nível do líquido que contém a substância a separar alcança o nível superior do gel de sílica, suspender de novo a pressão com precaução e adicionar 57,5 ml de solvente (I) ou (II), exercer nesse momento de novo a pressão e fazer descer o nível do líquido até ao nível superior do gel de sílica, recolhendo o eluato no mesmo balão.

Antes de o nível do líquido que contém a substância a separar alcançar o nível superior do gel de sílica, verificar o eluato, utilizando FT-IR para a presença de aromáticos. Se o eluato contiver apenas hidrocarbonetos alifáticos, adicionar novamente 12,5 ml de solvente (I) ou (II) após suspender a pressão. Repetir esta etapa, se necessário.

Evaporar a fração recolhida, até um pequeno volume, numa estufa, a cerca de 35 °C e no vácuo ou num evaporador rotativo no vácuo ou num aparelho semelhante; efetuar em seguida um transvasamento quantitativo num copo de vidro de 100 ml, aferido, utilizando mais solvente (I) ou (II).

Evaporar o conteúdo do copo na estufa, no vácuo, a 35 °C até peso constante (P). A diferença entre os dois últimos pesos não deverá ser superior a 0,01 g. As duas pesagens deverão ser espaçadas de 30 minutos, no mínimo.

A percentagem em peso dos constituintes não aromáticos (A) obtém-se aplicando a seguinte fórmula:

$$A = P/P_1 * 100$$

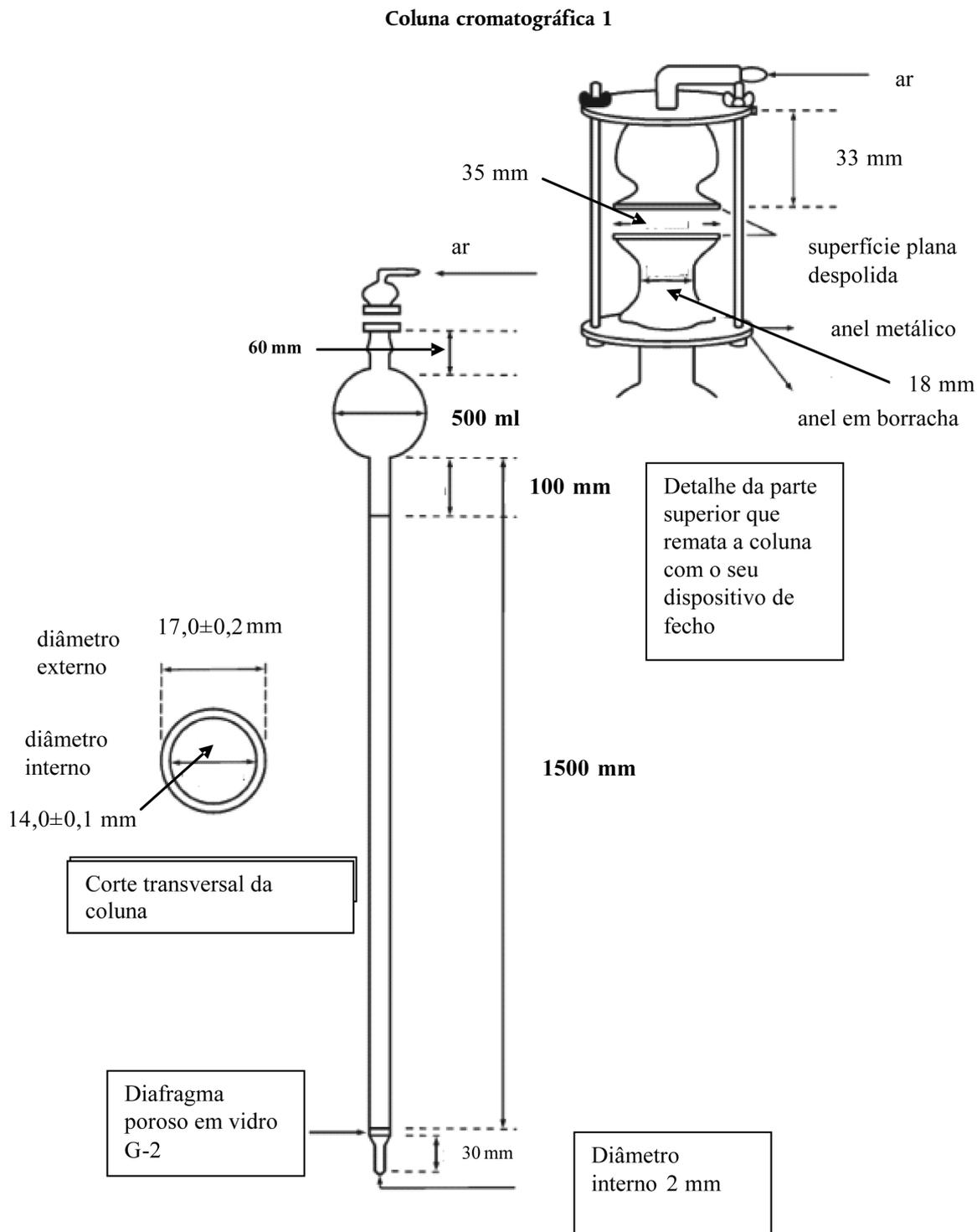
em que P_1 representa o peso da amostra submetida à análise.

A diferença relativamente a 100 representa a percentagem de constituintes aromáticos absorvidos pelo gel de sílica.

8. Precisão do método

Repetibilidade: 5 %.

Reprodutibilidade: 10 %.



Coluna cromatográfica 2:

