

DETERMINAÇÃO DE FOSFATO EM ÁGUA

Método de Ensaio

Esta Norma substitui e cancela a sua revisão anterior.

Esta Norma é a Revalidação da revisão anterior.

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. O Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma é o responsável pela adoção e aplicação dos itens da mesma.

Requisito Mandatório: Prescrição estabelecida como a mais adequada e que deve ser utilizada estritamente em conformidade com esta Norma. Uma eventual resolução de não segui-la ("não-conformidade" com esta Norma) deve ter fundamentos técnico-gerenciais e deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "dever", "ser", "exigir", "determinar" e outros verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada (não-mandatária): Prescrição que pode ser utilizada nas condições previstas por esta Norma, mas que admite (e adverte sobre) a possibilidade de alternativa (não escrita nesta Norma) mais adequada à aplicação específica. A alternativa adotada deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "recomendar", "poder", "sugerir" e "aconselhar" (verbos de caráter não-impositivo). É indicada pela expressão: **[Prática Recomendada]**.

Cópias dos registros das "não-conformidades" com esta Norma, que possam contribuir para o aprimoramento da mesma, devem ser enviadas para a CONTEC - Subcomissão Autora.

As propostas para revisão desta Norma devem ser enviadas à CONTEC - Subcomissão Autora, indicando a sua identificação alfanumérica e revisão, o item a ser revisado, a proposta de redação e a justificativa técnico-econômica. As propostas são apreciadas durante os trabalhos para alteração desta Norma.

"A presente Norma é titularidade exclusiva da PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. - PETROBRAS, de uso interno na Companhia, e qualquer reprodução para utilização ou divulgação externa, sem a prévia e expressa autorização da titular, importa em ato ilícito nos termos da legislação pertinente, através da qual serão imputadas as responsabilidades cabíveis. A circulação externa será regulada mediante cláusula própria de Sigilo e Confidencialidade nos termos do direito intelectual e propriedade industrial."

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

Apresentação

As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho – GTs (formados por especialistas da Companhia e das suas Subsidiárias), são comentadas pelos Representantes Locais (representantes das Unidades Industriais, Empreendimentos de Engenharia, Divisões Técnicas e Subsidiárias), são aprovadas pelas Subcomissões Autoras – SCs (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando os Órgãos da Companhia e as Subsidiárias) e aprovadas pelo Plenário da CONTEC (formado pelos representantes das Superintendências dos Órgãos da Companhia e das suas Subsidiárias, usuários das normas). Uma norma técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 (cinco) anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a norma PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as normas técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

PREFÁCIO

Esta Norma PETROBRAS N-1450 REV. A AGO/99 é a Revalidação da Norma PETROBRAS N-1450 REV. Ø JUN/77, não tendo sido alterado o seu conteúdo.

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma fixa o modo de se proceder à determinação de fosfatos dissolvidos em água industrial, sendo expostos dois métodos. A seleção de um deles vai depender do teor de fosfato e dos interferentes presentes na amostra.

- a) método A - método colorimétrico por redução com o cloreto estanoso (método do fotométrico);
- b) método B - método colorimétrico pelo vanadomolibdato (método fotométrico).

1.2 Os dois métodos baseiam-se em reações específicas para o íon ortofosfato. São previstos tratamentos preliminares para a remoção da cor e turbidez. O aquecimento na presença de ácidos fortes, previsto no método "A", tem a finalidade de converter os polifosfatos para a forma ortofosfato.

1.3 As prescrições desta Norma se aplicam aos ensaios realizados a partir da data de sua edição.

1.4 Esta Norma contém somente Requisitos Mandatórios.

2 MÉTODO "A"

2.1 Campo de Aplicação

Este método fixa o modo de se proceder ao controle de água contendo 0,1 ppm a 1,5 ppm de $\text{PO}_4^{=}$. A faixa, que se pode estender para cima, por diluição da amostra, tem por objetivo a medida fotométrica em célula de 20 mm. E pode também variar para medir a cor em células de caminho óptico maior ou menor que 20 mm. O método cobre a determinação de ortofosfato somente, ou a do fosfato total (ortofosfato mais polifosfato).

2.2 Resumo do Ensaio

2.2.1 Ortofosfato reage com molibdato de amônio em meio ácido, para formar fosfomolibdato, o qual por sua vez, é reduzido ao complexo azul de molibdênio com cloreto estanoso. A cor apresenta intensidade proporcional à concentração de fosfato.

2.2.2 No ensaio, somente ortofostatos formam a cor azul. Pode-se, entretanto, realizar a determinação de polifosfatos no ensaio, se forem hidrolisados à forma de orto, pela ebulição, da amostra acidificada. Assim, para calcular o teor de polifosfato da água, subtrai-se o ortofosfato encontrado na amostra sem ferver, do fosfato total encontrado na amostra acidificada e fervida. Certos fosfatos orgânicos são parcial ou totalmente hidrolisados à forma reativa orto e medidos na determinação do fosfato total.

2.3 Interferência

2.3.1 Valores até 0,5 ppm de ferro, 25 ppm de sílica e 1000 ppm de cloreto não interferem no ensaio. Agentes oxidantes, como cromato, peróxido e nitrato, diminuem a intensidade da cor azul. A adição de 0,1 g de ácido sulfâmico à amostra, antes da adição da solução de molibdato, permite eliminar interferência do nitrato.

2.3.2 A rapidez do desenvolvimento da cor azul depende da temperatura da amostra. A temperatura da amostra e dos reagentes deve ficar entre 20 °C e 35 °C.

2.3.3 Fosfatos orgânicos produzem resultados altos em polifosfatos quando hidrolisados à forma orto no ensaio de fosfato total.

2.4 Aparelhagem

Fotômetro - um espectrofotômetro ou fotômetro de filtro, adequado para medidas em 650 nm.

2.5 Reagentes

Todos os reagentes aqui mencionados são do grau p.a.; e qualquer referência a água se entende como água destilada ou desmineralizada.

2.5.1 Solução de Molibdato de Amônio (48 g/ℓ)

Dissolver 48 g de molibdato de amônio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ em cerca de 800 mℓ de água. Adicionar 2,5 mℓ de hidróxido de amônio concentrado (NH_4OH , densidade 0,90) e diluir a um litro, com água.

2.5.2 Solução-Estoque de Fosfato (1 mℓ = 0,1 mg $\text{PO}_4^{=}$)

Preparar uma solução-estoque de fosfato contendo 0,1 mg $\text{PO}_4^{=}$ /mℓ, dissolver em água 0,1433 g de fosfato monopotássico (KH_2PO_4) e diluir a 1ℓ.