

# ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CLORETO POR POTENCIOMETRIA

## Método de Ensaio

### CONTEC

Comissão de Normas  
Técnicas

### SC - 20

Técnicas Analíticas  
de Laboratório

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-mandatória): 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."**

## 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.

## 1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para determinação potenciométrica do íon cloreto por titulação com nitrato de prata.

## 2 CAMPO DE APLICAÇÃO

2.1 Aplica-se a análise de águas naturais, águas tratadas e águas residuais de indústrias, que contenham teor de cloreto acima de 1 mg/L. Amostras com teores acima de 100 mg/L devem ser diluídas.

## 3 RESUMO

O íon cloreto é titulado potenciometricamente pelo nitrato de prata, usando-se um eletrodo maciço de prata, recoberto com uma película de cloreto de prata e um eletrodo de vidro como referência. Durante a titulação, a diferença de potencial entre os eletrodos é determinada por um potenciômetro. A maior variação de potencial, conseqüente à adição da solução titulante na amostra, em incrementos pequenos e constantes, indica o ponto final da reação.

## 4 INTERFERENTES

### 4.1 Brometo e iodeto

Esses íons comportam-se da mesma forma que o íon cloreto, sendo determinados como tal. Nas condições do método não há possibilidade de eliminar esta interferência.

Origem: CONTEC - Subcomissão nº 20 - Técnicas Analíticas de Laboratório.  
Esta Norma substitui a cancelada a n-1454.  
Foi baseada na APHA 408 C/75

Toda Norma é dinâmica, estando sujeita a revisões. Comentários e sugestões, para seu aprimoramento, devem ser encaminhados à Comissão de Normas Técnicas da PETROBRAS - CONTEC.

Palavras-chave: águas - potenciometria - cloretos.

#### 4.2 Matéria orgânica, sulfito, sulfeto, cianeto, ferricianeto e ferro III (Nota 1)

Todos esses íons interferem; porém, quando presentes em concentração relativamente pequena, são eliminados por tratamento com ácido sulfúrico. Caso a amostra contenha uma grande quantidade de um ou mais destes interferentes, proceder conforme ANEXO A.

#### 4.3 Cromato e dicromato

Estes íons interferem e devem ser reduzidos ao estado de íon crônico,  $\text{Cr}^{3+}$ , antes da titulação. Para eliminá-los, acidificar a amostra com 3 mL de ácido sulfúrico concentrado e juntar 5 mL de peróxido de hidrogênio a 30 %. Aquecer a amostra à ebulição durante alguns minutos.

Nota 1: Amostras que contiverem cianeto ou ferricianeto produzem gás cianídrico, altamente tóxico, devendo ser tratadas em capelas.

### 5 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

**N-1351a** - Água reagente - Especificação;  
ACS - American Chemical Society Specifications COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS.

### 6 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

6.1 Antes de iniciar qualquer manuseio com reagentes, materiais e equipamentos, consultar e aplicar os procedimentos apropriados de segurança e de operação dos equipamentos.

6.2 O ANEXO B contém algumas informações de segurança referentes aos reagentes a serem utilizados pelo método.

### 7 APARELHAGEM E MATERIAIS (Nota 2)

#### 7.1 Titulador potenciométrico (Nota 3)

Pode ser utilizado um potenciômetro medidor de pH ou um voltímetro, tipo eletrônico de leitura contínua. Deve ter sensibilidade de  $\pm 2$  V na faixa de 1V.

#### 7.2 Eletrodo de referência

Deve ser utilizado um eletrodo de vidro.

#### 7.3 Eletrodo de medição

Deve ser utilizado um eletrodo maciço de prata adquirido pronto ou preparado no laboratório, revestido com uma camada de cloreto de prata, conforme descrito no item 9.1.

#### 7.4 Agitador magnético

Provido de bastão imantado e revestido de vidro ou de plástico resistente a produtos químicos.

#### 7.5 Bécher com capacidade de 250 mL.

#### 7.6 Pipetas volumétricas.

#### 7.7 Balões volumétricos com capacidade de 100 e 1000 mL.

#### 7.0 Bureta com capacidade de 25 mL.

Nota 2: Toda a aparelhagem de vidro deve ser lavada com solução de ácido nítrico 1:1.

Nota 3: Pode ser usado um titroprocessador.

### 8 REAGENTES, SOLVENTES E SOLUÇÕES

Todos os reagentes devem ser de grau p.a., equivalente à especificação ACS. Qualquer referência a água deve ser entendida como água reagente tipo II, conforme norma PETROBRAS [N-1351a](#).

#### 8.1 Solução-padrão de cloreto de sódio 0,0141 N (NaCl)

Dissolver, em um pouco de água, 0,8243 g, com precisão de 0,1 mg, de cloreto de sódio, previamente seco a 140°C durante 2 horas e esfriado em dessecador, e diluir exatamente a 1000 mL. Um mL desta solução equivale a 0,5 mg de íon cloreto.

#### 8.2 Solução-padrão de nitrato de prata 0,0141N (AgNO<sub>3</sub>)

##### 8.2.1 Preparação

Dissolver, em um pouco de água, 2,40 g de nitrato de prata, previamente seco a 105°C durante 1 hora e esfriado em dessecador, transferir para balão volumétrico de 1000 mL e avolumar com água. Estocar esta solução em frasco de vidro âmbar.

##### 8.2.2 Padronização

Transferir 10,0 mL da solução-padrão de cloreto de sódio (item 8.11) para frasco tipo Erlenmeyer, avolumar a 100 mL com água e proceder como descrito no item 9.2. Calcular a normalidade, conforme a equação:

$$\text{Normalidade da solução de AgNO}_3, N = \frac{10,0 \times 0,0141}{\text{volume gasto de AgNO}_3, \text{ em mL}}$$

8.3 Ácido nítrico concentrado ( $d = 1,42$ ), ( $\text{HNO}_3$ ) (ANEXO B).

8.4 Solução de ácido sulfúrico 1N, ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (ANEXO 8)

Dissolver cuidadosamente 27 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $d = 1,84$ ) em água e avolumar para 1 litro.

8.5 Peróxido de hidrogênio a 30 %, ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) (ANEXO B).

8.6 Solução de hidróxido de sódio 1N. ( $\text{NaOH}$ ) (ANEXO B)

Dissolver cuidadosamente 40 g de hidróxido de sódio em água e avolumar para 1 litro.

## 9 PROCEDIMENTO

9.1 Condicionamento do eletrodo de prata (Nota 4)

9.1.1 Pipetar, para o bécher de titulação, 10 mL de solução-padrão de cloreto de sódio. Diluir a 100 mL com água e juntar 2 mL de ácido nítrico concentrado.

9.1.2 Introduzir a extremidade do eletrodo na solução. Certificar-se de que a ponta de prata do eletrodo esteja integralmente na solução.

9.1.3 Introduzir no bécher, cuidadosamente, a barra magnetizada. Iniciar a agitação magnética, regulando-a de maneira que a massa líquida seja completamente agitada, sem permitir a formação de bolhas durante a agitação.

9.1.4 Adicionar, de uma bureta colocada sobre o bécher, solução 0,0141 N de nitrato de prata. Regular a adição, de modo a juntar cerca de 10 mL em 10 minutos. A quantidade de solução de nitrato de prata deve exceder ligeiramente à necessária, para precipitar todo o cloreto.

9.1.5 Retirar o eletrodo da solução, lavá-lo com jato de água e descartar o líquido. Limpar o eletrodo de prata com papel absorvente, sem esfregá-lo.

9.1.6 Quando o eletrodo não estiver em uso, mantê-lo imerso em 100 mL de água contendo 0,5 mL de solução 0,0141 N de nitrato de prata. Lavá-lo abundantemente com água antes de usá-lo em qualquer determinação.

Nota 4: Outro procedimento para condicionar o eletrodo de prata é descrito no ANEXO C.