

ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CLORETO (ARGENTOMETRIA)

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-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."

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.



PETROBRAS

AGUA - DETERMINAÇÃO DE CLORETO
(ARGENTOMETRIA)

Método de Ensaio

N-1456b
MAIO/1991

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação volumétrica do íon cloreto pelo nitrato de prata.

1.2 A concentração de cloreto pode ser usada para estimar a resistividade das águas de formação e diferenciar entre formações subsuperficiais.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Aplica-se a águas naturais, tratadas, residuais, salinas e salmouras.

3 RESUMO

O íon cloreto é precipitado quantitativamente pelo nitrato de prata, na presença de cromato de potássio como indicador. Após a precipitação total do cloreto, a formação de um precipitado de cor vermelho-tijolo de cromato de prata, indica o ponto final da reação.

4 INTERFERENTES

4.1 Brometo, iodeto e cianeto

4.1.1 Estes íons reagem com nitrato de prata, sendo determinados como cloreto. Nas condições do método, pode-se eliminar apenas cianeto, mediante o seguinte procedimento: adicionar à amostra gotas de ácido nítrico concentrado e levar à ebulição, até quase secura (Nota 1). Uma vez eliminado o cianeto, recompor o volume original da amostra, por adição de água, e neutralizar conforme prescreve o item 4.8.

Origem: CONTEC - Subcomissão nº 20 - Técnicas Analíticas de Laboratório.

Substitui e cancela a N-1456a.

Foi baseada nos métodos "Chloride, argentometric method". In: Standard methods for the examination of water and wastewater, (APHA 408 A), 1975 e API RP 45/81.

Linha vertical na margem da página assinala trecho desta Norma alterado da anterior para a presente revisão. A alteração pode ser: modificação, inserção ou supressão do trecho.

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.

Palavra-chave: água - cloreto - argentométrico.

4.1.2 Nas águas de formação, geralmente, não se levam em consideração as interferências de Br^- e I^- , porque, comumente, não estão presentes em quantidades suficientes para afetar o resultado de cloreto. Em casos onde essas interferências se tornam significativas, devem ser descontadas no cálculo de cloreto.

Nota 1: Executar esta operação em capela com boa exaustão, tendo em vista a alta toxidez do gás liberado.

4.2 Sulfeto e tiosulfato

Estes íons consomem solução de nitrato de prata, concorrendo para resultados altos, além de pontos finais indistintos. Para eliminá-los, alcalinizar a amostra com solução 1N de NaOH, adicionar 1 a 2 ml de peróxido de hidrogênio a 30% e levar à ebulição durante alguns minutos, até eliminar o excesso de peróxido (Nota 1). Neutralizar a amostra conforme prescreve o item 4.8 (Nota 2).

4.3 Sulfito

Este íon interfere quando em concentração superior a 10 mg/L. Para eliminá-lo, neutralizar exatamente a amostra ao ponto de viragem da fenolftaleína, com solução 1N de hidróxido de sódio ou de ácido sulfúrico; adicionar 1 a 2 ml de peróxido de hidrogênio a 30% e levar à ebulição durante alguns minutos.

4.4 Ortofosfato e polifosfato

Estes íons interferem quando em concentração superior a 25 mg/L, promovendo a precipitação da prata. Diluir amostras que contenham concentrações superiores a 25 mg/L, para se evitar a interferência.

4.5 Ferro

4.5.1 Este íon interfere quando em concentração superior a 10 mg/L, reagindo com o indicador, formando o cromato de ferro de cor vermelha e mascarando o ponto final da titulação. Para inibir a ação do ferro, adicionar à amostra 5 ml de solução a 5% de citrato de amônio.

4.5.2 Em altas concentrações de ferro, eliminá-lo por precipitação com algumas gotas de peróxido de hidrogênio e pequeno excesso de hidróxido de amônio. Filtrar o precipitado e lavar com água quente. Ferver o filtrado por alguns minutos, para eliminação do peróxido e da amônia residuais. Neutralizar, se necessário, procedendo conforme descrito no item 4.8.

4.6 Cor

Amostras com coloração podem apresentar pontos finais indistintos. Para descorar a amostra, adicionar 3 ml de suspensão de hidróxido de alumínio, misturar bem, filtrar e lavar o precipitado com água, combinando os líquidos de lavagem com a amostra.

4.7 Matéria orgânica

Substâncias orgânicas reduzem a prata em solução neutra. Eliminar por intermédio da adição e algumas gotas de peróxido de hidrogênio a 30%. Ferver e evaporar até secura. Retomar o volume com água.

4.8 pH

Amostras com pH entre 6,0 a 8,5 podem ser tituladas diretamente. Caso o pH esteja fora desta faixa, ajustá-lo mediante o seguinte procedimento: adicionar à amostra gotas de solução de fenolftaleína e neutralizar ao ponto de viragem, com bicarbonato de sódio ou solução 0,1N de ácido nítrico (Nota 3).

Nota 2: Em água de formação contendo sulfeto, a norma API RP 45 recomenda acidificar a amostra com ácido nítrico, levar à ebulição para liberação do H_2S e, então, neutralizar conforme item 4.8 (Nota 1).

Nota 3: Alternativamente, ajustar o pH, usando um medidor de pH.

5 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

N-1351a - Água reagente - Especificação;
ACS - American Chemical Society Specification - COMMITTEE on Analytical Reagents.

6 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

6.1 Para a execução do ensaio, devem ser aplicados os procedimentos apropriados de segurança, manuseio dos reagentes e operação dos equipamentos.

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

7 APARELHAGEM E MATERIAL

7.1 Balão volumétrico de 250 mℓ de capacidade.

7.2 Pipetas volumétricas.

7.3 Erlemeyer de 250 mℓ de capacidade.

7.4 Medidor de pH.