

ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE SÍLICA POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR

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
SÍLICA POR ESPECTROFOTOMETRIA
DE ABSORÇÃO MOLECULAR

Método de Ensaio

N-1457b

FEV/1992

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para a determinação de sílica em água por intermédio da complexação da sílica solúvel com o íon molibdato e posterior redução do complexo com o ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfônico cuja concentração é determinada por espectrofotometria de absorção molecular.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

2.1 Esta Norma aplica-se à determinação da sílica reativa ao molibdato em águas naturais e residuais, sendo particularmente aplicável a águas industriais tratadas. Algumas águas podem requerer filtração e diluição para remover interferências de cor e turbidez. Para água do mar ou salmoura, esta Norma somente é aplicável se soluções-padrão com matriz combinada ou técnicas de adição-padrão são empregadas.

2.2 A faixa de aplicação desta Norma é de 20 a 1000 µg/L de sílica (SiO₂) no comprimento de onda mais alto (815 nm) e de 0,1 a 5 mg/L no comprimento de onda mais baixo (640 nm).

2.3 Devido à complexidade da química da sílica, a forma determinada é definida por este método como sílica reativa ao molibdato. Estas formas incluem silicatos simples dissolvidos, sílica monomérica e ácido silícico, e uma fração não definida de sílica polimérica.

2.4 Para muitas águas naturais, a determinação da sílica reativa ao molibdato, por este método, fornece um resultado muito próximo ao de sílica total e, na prática, o método colorimétrico freqüentemente substitui outras técnicas de execução mais demorada. Isto é aceitável quando, como faixa de concentração de miligrama por litro, enquanto a sílica não reativa ao molibdato, se presente, está na faixa de micrograma por litro.

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

Substitui e cancela a N-1457a.

Foi baseada na norma ASTM 859/88.

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 - sílica - absorção molecular
espectrofotometria.

3 RESUMO

A amostra, após acidificação, é complexada com o molibdato. Ácido oxálico é adicionado para eliminar as interferências de fosfatos. O complexo amarelo formado é reduzido pela adição do ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfônico, formando-se um complexo azul, cuja absorbância é medida a 815 nm ou 640 nm, dependendo da concentração da sílica.

4 SIGNIFICADO E USO

4.1 A sílica é apenas ligeiramente solúvel em água. Sua maior presença em águas naturais é devido à degradação de minerais que contém sílica. O tipo e composição destes minerais e o pH da água são os fatores primários que controlam a solubilidade e a forma da sílica na solução resultante. A sílica pode existir em partículas suspensas, como um colóide, ou em solução. Pode ser monomérica ou polimérica. Em solução, pode existir como ácido silícico ou íon silicato, dependendo do pH. O conteúdo de sílica das águas naturais está comumente na faixa de 5 a 25 mg/L, embora concentrações superiores a 100 mg/L ocorram em algumas áreas.

4.2 A concentração de sílica é um importante parâmetro de controle em algumas instalações industriais como sistemas de geração de vapor e resfriamento de água. Sob certas condições, forma depósitos problemáticos de sílica e silicatos, particularmente sobre pás de turbinas a vapor de alta pressão. Em sistemas de resfriamento de água, a sílica forma depósitos quando os limites de solubilidade são excedidos. Em contraste, a sílica pode ser adicionada como um tratamento químico em alguns sistemas, por exemplo, no controle da corrosão. A remoção de sílica é comumente efetuada por troca iônica, destilação, osmose reversa, ou por precipitação usualmente com compostos de magnésio em um processo quente ou frio de abrandamento de lodo.

5 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- N-1351a - Água reagente - Especificação;
 - N-1372 - Amostragem de despejos hídricos de refinarias - Procedimento;
 - ASTM D 1066 - Practice for sampling steam;
 - ASTM D 1129 - Definitions of terms relating to water;
 - ASTM D 2777 - Practice for determination of precision and bias of applicable methods of committee D-19 on water;
 - ASTM D 3370 - Practices for sampling water;
 - ASTM E 60 - Practice for photometric and spectrophotometric methods for chemical analysis of metals;
 - ASTM E 275 - Practice for describing and measuring performance of ultraviolet, visible, and near infrared - spectrophotometers;
- Standard methods for the examination of water and wastewater. 14th Edition, Eashington, Part 426A.
- ACS - American Chemical Society Specifications - COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS.