

ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO

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.

	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO Método de Ensaio	N-1458B AGO/1991
---	--	----------------------------------

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação, por complexometria, de cálcio e de magnésio em águas, empregando-se o sal dissódico do ácido etilenodiamino tetracético (EDTA). Aplica-se a águas salinas e salmouras.

1.2 O conhecimento das concentrações de cálcio e magnésio em águas oriundas de campos de petróleo (água de formação) é importante para diferenciar formações subsuperficiais e verificar a compatibilidade com águas de injeção utilizadas na recuperação de petróleo.

2 RESUMO

O método consiste em ajustar o pH da amostra e titular com solução-padrão de EDTA. O cálcio é determinado em pH 12, usando como indicador o calcon ou murexida. O magnésio e cálcio são determinados simultaneamente em pH 10, usando como indicador o negro de eriocromo T ou calcon. O teor de magnésio é calculado por diferença.

3 INTERFERENTES

3.1 Bário e estrôncio

Em águas salinas e salmouras, íons comumente presentes como o bário e estrôncio interferem, os quais são incluídos na determinação do cálcio e, geralmente, se encontram presentes em quantidades menores do que o cálcio.

3.2 Cor

Amostras com coloração mascaram o ponto final da titulação. Para decorar a amostra, adicionar 3 ml de suspensão de hidróxido de alumínio na amostra, misturar, filtrar e lavar o precipitado com água destilada, juntando as águas de lavagem à amostra filtrada.

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

Substitui e cancela a N-1458a.

Foi baseada nos métodos: APHA -Standard methods for the examination of water and wastervater, 1975 e API RP 45/81.

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-chaves: cálcio - magnésio - dureza - água - complexação

3.3 Ferro

O ferro reage com o EDTA, aumentando o valor de Ca e Mg na amostra. Eliminar o ferro, utilizando um dos procedimentos a seguir:

- a) para baixos teores, adicionar solução de trietanolamina, antes da titulação;
- b) para altos teores, adicionar gotas de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) 30% e, posteriormente, adicionar gotas de hidróxido de amônio (NH_4OH). Aquecer e filtrar.

3.4 Ortofosfato

O ortofosfato precipita o cálcio no pH do ensaio. Para evitá-lo, adicionar pequena quantidade de magnésio, caso a amostra não contenha esse íon. A presença de 50 mg/ℓ de magnésio elimina a interferência de 40 mg/ℓ de fosfato.

3.5 Matéria Orgânica

Em águas contaminadas com matéria orgânica ver ANEXO A.

4 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- N-1351a - Água Reagente - Especificação;
- N-1612 - Método de Preparação, Padronização e Estocagem de Soluções-Padrão para Análises Químicas - Método de Ensaio;
- ACS - American Chemical Society Specification - COMMITTEE ON ANALYTICAL REAGENTS.

5 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

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

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

6 APARELHAGEM E MATERIAIS

6.1 Balões volumétricos de 100, 250 e 500 ml de capacidade.

6.2 Pipetas volumétricas de 10, 20, 25 e 50 ml de capacidade.

6.3 Erlenmeyer de 250 ml de capacidade.

6.4 Funil de filtração.

6.5 Bureta de 10 ml de capacidade.

6.6 Papel de filtração com porosidade média.

7 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](#).

7.1 Solução de hidróxido de sódio 2N (NaOH)

Dissolver 80 g de hidróxido de sódio em água e diluir para 1 l com água.

7.2 Solução-tampão amoniacal (cloreto de amônio - hidróxido de amônio)

Dissolver 67,5 g de cloreto de amônio em aproximadamente 200 ml de água. Adicionar 570 ml de hidróxido de amônio concentrado e diluir a 1l com água.

7.3 Solução-padrão de EDTA 0,01M ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Dissolver 3,723 g de EDTA em um pouco de água e aquecer, se necessário. Transferir quantitativamente para balão de 1 l, avolumar com água, homogeneizar e guardar em recipiente de polietileno. Padronizar com solução-padrão de carbonato de cálcio, conforme norma PETROBRAS [N-1612](#), e refatorar mensalmente.

7.4 Solução-padrão de EDTA 0,025 M ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Dissolver 9,3075 g de EDTA em um pouco de água e aquecer, se necessário. Transferir quantitativamente para balão de 1 l, avolumar com água, homogeneizar e guardar em recipiente de polietileno. Padronizar com solução-padrão de carbonato de cálcio, conforme norma PETROBRAS [N-1612](#), e refatorar mensalmente.

7.5 Solução-padrão de carbonato de cálcio (1 ml = 0,20 mg CaCO_3)

Dissolver 0,2000 g de carbonato de cálcio em 3 a 5 ml de HCl (1:4). Diluir com água para 1 l em balão volumétrico.

7.6 Suspensão de hidróxido de alumínio

Dissolver, em um litro de água, 125 g de alúmen de potássio ou de amônio, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ou $\text{Al NH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Aquecer a 60°C e adicionar lentamente 55 ml de hidróxido de amônio concentrado (NH_4OH), agitando sempre. Deixar em repouso durante uma hora e transferir a mistura para um frasco com capacidade de três a cinco litros. Lavar o precipitado com sucessivas adições de água e vigorosa agitação. Deixar decantar após cada lavagem, antes de drenar a fase líquida. Repetir a operação até ausência de cloreto. Quando recém-preparada, a suspensão ocupa aproximadamente o volume de um litro.