

DETERMINAÇÃO COLORIMÉTRICA DE CROMO EM MEIO AQUOSO

Método

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.

DETERMINAÇÃO COLORIMÉTRICA DE CROMO EM MEIO AQUOSO

CONSIDERAÇÕES PRÉVIAS

O potencial cancerígeno do cromo hexavalente é razão de sobra para controle de sua presença em abastecimentos de água potável. Nos Estados Unidos, a concentração do Cr^{+6} tem variado entre 3 a 40 microgramas por litro, na água potável, com uma média de $3,2 \mu\text{g}/\ell$. Sais de cromo III e VI são freqüentemente usados em processos industriais e podem entrar nos reservatórios de água através da descarga dos resíduos. Compostos à base de cromato, por exemplo, são adicionados às águas de refrigeração, para controle da corrosão. O cromo pode ser encontrado nos reservatórios tanto no estado trivalente como no hexavalente, embora no primeiro caso ocorra muito raramente em abastecimentos de água potável.

1 OBJETIVO

Os métodos aqui expostos descrevem a determinação do cromo em águas industriais, potáveis e residuais de indústrias, cuja aplicação depende do tipo de amostra e do objetivo da análise.

Três métodos são dados a seguir:

Método "A" - Método da difenil-carbazida

Aplicável na determinação de cromo hexavalente, por espectrofotometria de absorção molecular, em águas naturais ou tratadas para fins potáveis.

Método "B" - Método permanganato-azida

Aplicável à determinação de cromo total por espectrofotometria de absorção molecular em amostras contendo quantidades apreciáveis de matéria orgânica.

Método "C" - Método do hipobromito alcalino

Aplicável à determinação de cromo total por espectrofotometria de absorção molecular em águas tratadas.

Nota - Pode ser também realizada a determinação de cromo total por espectrofotometria de absorção atômica em amostras que contenham material orgânico e outros interferentes.

MÉTODO "A"

2 OBJETIVO

Este método fixa o modo de se proceder à determinação de cromo hexavalente em águas potáveis, naturais ou tratadas.

3 CAMPO DE APLICAÇÃO

O limite de detecção do cromo, obtido por comparação visual em tubo de Nessler de 50 mL, é de 3 µg/L; quando se realiza a medição por via fotométrica, usando-se cubetas de 5 cm de caminho ótico, o limite é de 5 µg/L.

4 RESUMO

O cromo hexavalente reage com a difenil carbazida, em meio levemente ácido, desenvolvendo cor vermelho-púrpura. Compara-se a cor desenvolvida, com padrões, em tubos Nessler, ou usando-se um fotocolorímetro ou espectrofotômetro.

5 INTERFERÊNCIAS

Nas etapas do desenvolvimento da cor, as seguintes substâncias podem causar interferências: o íon-mercúrio, em qualquer grau de oxidação, I ou II, provoca o aparecimento de coloração azul ou azul-púrpura, embora a reação seja menos sensível nas condições de acidez prescritas. O ferro, em concentrações maiores que 1 mg/L, interfere, produzindo coloração amarela com o reagente. O vanádio intervém de modo idêntico ao ferro, embora mais intensamente; a cor desenvolvida esmaece, porém com relativa rapidez, e é negligenciável dez minutos após a adição da difenilcarbazida.

6 APARELHAGEM

6.1 Equipamento espectrofotométrico convencional equipado com cubetas de absorção com caminho ótico igual ou superior a 1 cm.

6.2 Equipamento fotométrico (como alternativa a 6.1) provido de filtro verde com transmitância máxima na faixa de 540 nm e cubetas de absorção com caminho ótico igual ou superior a 1cm.

6.3 Tubos de Nessler (como alternativa a 6.1), forma alta, óticamente idênticos, de 50 mL.

7 REAGENTES

Todos os reagentes serão de grau p.a., afora afirmação expressa em contrário, e qualquer referência a água será entendida como água reagente tipo III cujo teor em cromo seja inferior a 3 µg/L.