

# **DETERMINAÇÃO DE CLORETO, NITRITO, NITRATO, BROMETO, FOSFATO E SULFATO EM ÁGUAS POR CROMATOGRAFIA DE IONS**

## **Métodos 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 seus itens.

**Requisito Técnico:** 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:** 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 seu aprimoramento, 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 pelas Unidades da Companhia e das suas Subsidiárias, são aprovadas pelas Subcomissões Autoras - SCs (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando as Unidades da Companhia e as suas Subsidiárias) e homologadas pelo Plenário da CONTEC (formado pelos representantes das Unidades da Companhia e das suas Subsidiárias). Uma Norma Técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 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

1.1 Esta Norma prescreve o modo de se proceder com orientações gerais para a determinação de ânions em águas, utilizando a técnica de cromatografia de íons com detecção condutimétrica.

1.2 Esta Norma se aplica às águas oriundas da produção, de processos, utilidades e efluentes.

1.3 As prescrições desta Norma se aplicam a partir da data de sua edição.

1.4 Esta Norma contém Requisitos Técnicos e Práticas Recomendadas.

## 2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Os documentos relacionados a seguir contêm prescrições válidas para a presente Norma.

- Resolução CONAMA 20 - Dispõe Sobre a Classificação das Águas Doces, Salobras e Salinas, em todo Território Nacional, bem como Determina os Padrões de Lançamento;
- PETROBRAS [N-2549](#) - Segurança em Laboratório;
- ASTM D 1193 - Specification for Reagent Water;
- ASTM D 4327 - Standard Test Method for Anions in Water by Chemically Suppressed Ion Chromatography;
- Standard Methods 1060 B - Collection of Samples;
- Standard Methods 1060 C - Sample Storage and Preservation;
- Standard Methods Anions 4110 - Part B Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity.

## 3 DEFINIÇÕES

Para os propósitos desta Norma são adotadas as definições indicadas nos itens 3.1 a 3.8.

### 3.1 Cromatografia de Íons

Subdivisão da cromatografia líquida, baseada nas diferentes afinidades iônicas dos diversos ânions (analitos). A detecção pode ser feita através de diversas técnicas como condutividade, ultra-violeta e amperometria.

### 3.2 Fase Móvel - Eluente

Solução usada no transporte da amostra através do sistema.

### 3.3 Fase Estacionária - Coluna de Guarda e Analítica

Resina trocadora de íons utilizada para separação dos ânions de interesse.

### 3.4 Linha Base

Menor sinal estável registrado pelo sistema somente com o fluxo do eluente.

### 3.5 “Loop”

Tubo capilar dimensionado em volume adequado para a análise.

### 3.6 Dip

Desvio negativo da linha base do fluxo da água na passagem pelo detector.

### 3.7 Tempo de Retenção

Tempo específico de cada analito de acordo com a afinidade entre a fase estacionária e a fase móvel.

### 3.8 Resolução

Eficiência da coluna analítica para separar os analitos em condições específicas.

## 4 RESUMO

A amostra é bombeada com o eluente, através de 2 colunas de guarda e analítica que são empacotadas com a mesma resina, e 1 coluna supressora. O princípio da separação é baseado na afinidade entre os sítios ativos da resina, dos analitos e da fase móvel. Após a separação, os ânions são identificados por condutividade, comparando seus tempos de retenção com os tempos dos padrões conhecidos. O uso da coluna supressora reduz a condutividade de fundo do eluente e transforma os ânions em seus ácidos, aumentando a sensibilidade do sistema. A quantificação dos ânions é feita pela integração dos picos obtidos em comparação com as áreas dos padrões.

## 5 PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

5.1 O descarte de produtos de laboratório deve seguir a legislação ambiental vigente.

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

5.3 A norma PETROBRAS [N-2549](#) contém princípios de segurança, que devem ser observados no desenvolvimento das atividades de laboratório.

## 6 APARELHAGEM E MATERIAIS

6.1 Cromatógrafo de íons, provido de detector de condutividade e sistema de registro de dados.