

Ferro LR L (B)

M226

0.03 - 2 mg/L Fe

Ferrozine / Thioglycolate

### Informação específica do instrumento

O teste pode ser realizado nos seguintes dispositivos. Além disso, a cubeta necessária e a faixa de absorção do fotômetro são indicadas.

Dispositivos	Cuvette	$\lambda$	Faixa de Medição
MD 600, MD 610, MD 640, XD 7000, XD 7500	ø 24 mm	560 nm	0.03 - 2 mg/L Fe

### Material

Material necessário (parcialmente opcional):

Reagentes	Unidade de Embalagem	Código do Produto
Acidez / Alcalinidade P Indicador PA1	30 mL	56L013530
Acidez / Alcalinidade P Indicador PA1	65 mL	56L013565
Tampão de dureza cálcica CH2	65 mL	56L014465
Tampão de dureza cálcica CH2	5 x 65 mL mL	56L014472
KP962-Amônio Persulfato de amônio em pó	Pó / 40 g	56P096240
Iron LR 2 Reagent Set	1 pc.	56R023490

### Lista de Aplicações

- Água de Refrigeração
- Água de Caldeira
- Galvanização
- Tratamento de Água Bruta

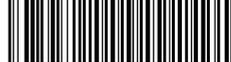


## Preparação

1. Na presença de fortes agentes complexantes na amostra, é necessário aumentar o tempo de reação até deixar de ver mais formações de cor. Os complexos de ferro muito fortes não são, porém, captados na medição. Neste caso, os agentes complexantes têm de ser destruídos por oxidação com ácido/persulfato e a amostra tem de ser depois colocada no pH 6 – 9 por neutralização.
2. Para determinar todo o ferro dissolvido e suspenso, a amostra tem de cozida com ácido/persulfato. No fim, neutralize para o pH 6 – 9 e encha com água desmineralizada para chegar de novo ao volume original.

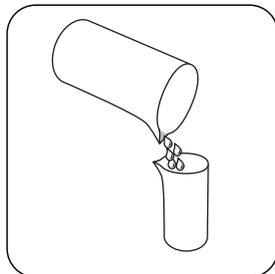
## Notas

1. Para determinar  $\text{Fe}^{2+}$  não adicione reagente KS63 (tioglicolato).

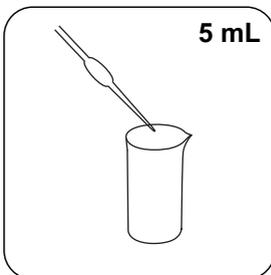


## Digestão

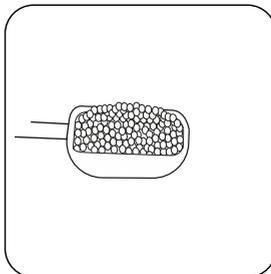
O ferro total é composto por ferro solúvel, complexante e suspenso. A amostra não pode ser filtrada antes da medição. Para assegurar uma homogeneização da amostra, as partículas depositadas têm de ser imediatamente distribuídas antes da recolha da amostra através de uma forte agitação. Para determinar o ferro solúvel total (inclusive os compostos de ferro complexos) é preciso filtrar a amostra. Os equipamentos e reagentes necessários à determinação do ferro total não estão incluídos no volume de fornecimento padrão.



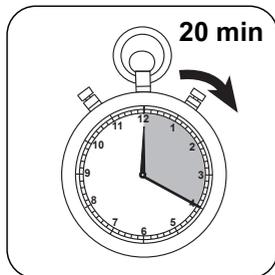
Encher um recipiente de digestão adequado com **50 mL de amostra homogeneizada**.



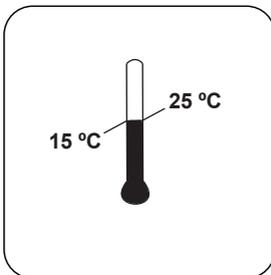
Adicionar **5 mL 1:1 ácido clorídrico**.



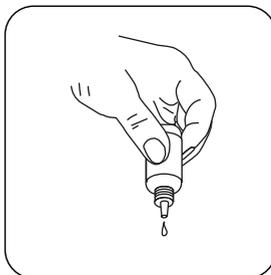
Adicionar **uma colher medida KP 962 (Ammonium Persulfat Powder)**.



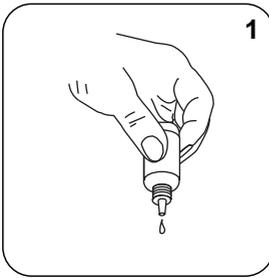
A amostra deve **cozer 20 minutos**. Deve ser mantido um volume de amostra de 25 mL; encher eventualmente com água desmineralizada.



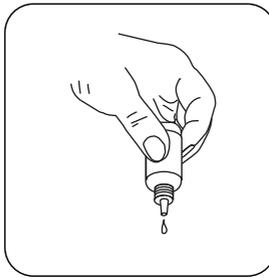
Deixar a amostra arrefecer até à **temperatura ambiente**.



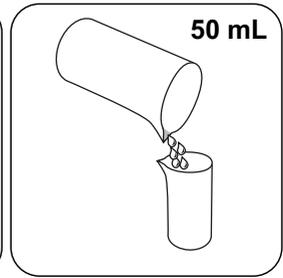
Mantiver os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



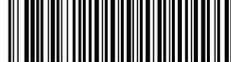
Adicionar **1 gotas Acidity / Alkalinity P Indicator PA1.**



Adicionar **Hardness Calcium Buffer CH2** gota a gota da mesma amostra até aparecer uma coloração ligeiramente rosa a avermelhada. **(Atenção: assim que adicionar cada gota, agite a amostra!)**



Encher a amostra com **água desmineralizada até 50 mL**.



## Realização da determinação Ferro LR (B) com reagente líquido

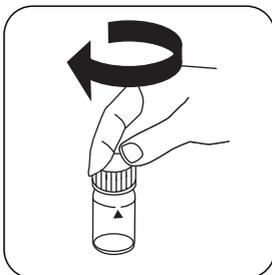
Escolher o método no equipamento.

Para este método, uma medição ZERO não precisa ser realizada todas as vezes nos seguintes dispositivos: XD 7000, XD 7500

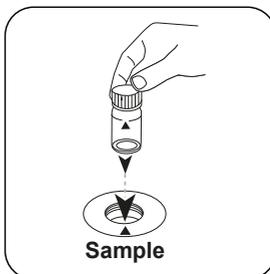
Para uma determinação do ferro total dissolvido com distinção entre  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ , a amostra tem de ser filtrada antes da determinação (dimensão dos poros  $0,45 \mu\text{m}$ ). Caso contrário, as partículas de ferro e o ferro suspenso serão igualmente determinados.



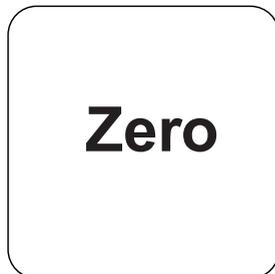
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de amostra**.



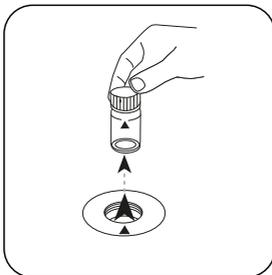
Fechar a(s) célula(s).



Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.

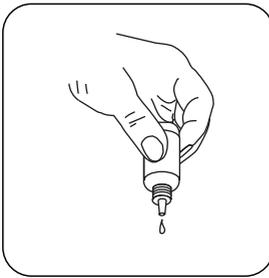


Premir a tecla **ZERO**.

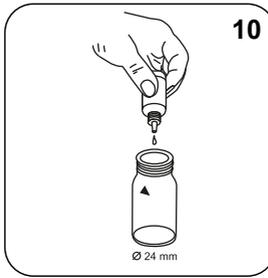


Retirar a célula do compartimento de medição.

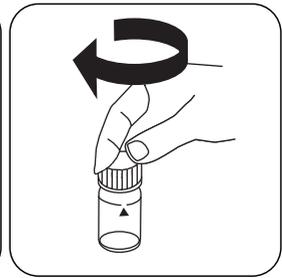
Nos equipamentos que **não requerem uma medição ZERO**, deve começar aqui.



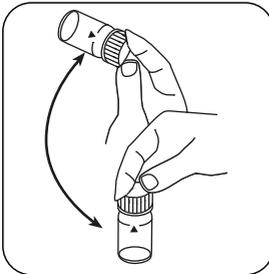
Manter os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



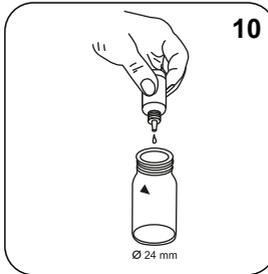
Adicionar **10 gotas KS60 (Acetate Buffer)**.



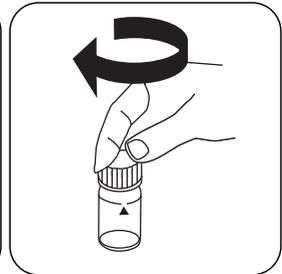
Fechar a(s) célula(s).



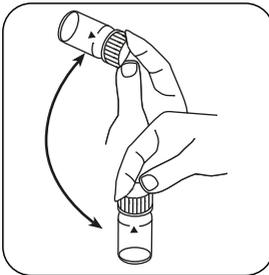
Misturar o conteúdo girando.



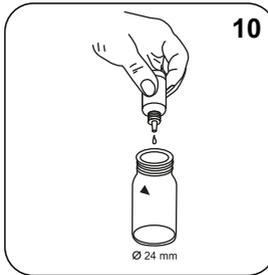
Adicionar **10 gotas Iron Reagent FE6**.



Fechar a(s) célula(s).



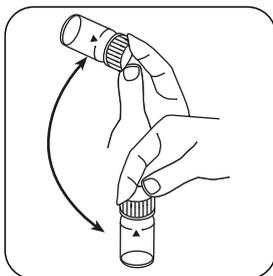
Misturar o conteúdo girando.



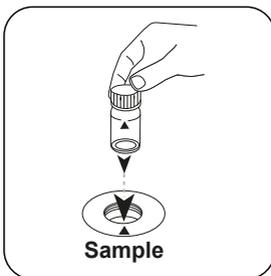
Adicionar **10 gotas KS65 (Ferrozine)**.



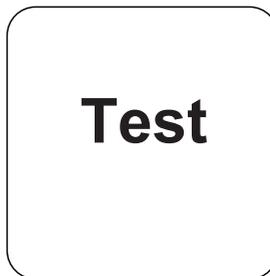
Fechar a(s) célula(s).



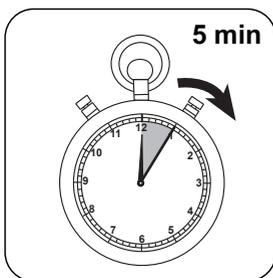
Misturar o conteúdo girando.



Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



Premir a tecla **TEST** (XD: **START**).



Aguardar **5 minuto(s) de tempo de reação**.

Decorrido o tempo de reação, a medição é efetuada automaticamente.

No visor aparece o resultado em mg/L  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ .  $\text{Fe}^{3+} = \text{Fe}_{2+/3+} - \text{Fe}^{2+}$ .

## Realização da determinação Ferro LR 2 total com reagente líquido

Escolher o método no equipamento.

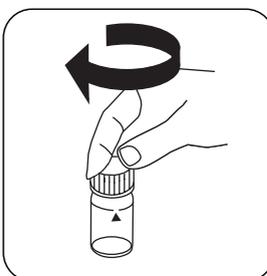
Para a determinação de **Ferro LR total com reagente líquido** deve realizar a **digestão** descrita.

Para este método, uma medição ZERO não precisa ser realizada todas as vezes nos seguintes dispositivos: XD 7000, XD 7500

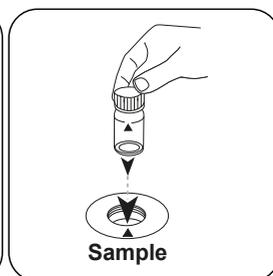
O ferro total é composto por ferro solúvel, complexante e suspenso. A amostra não pode ser filtrada antes da medição. Para assegurar uma homogeneização da amostra, as partículas depositadas têm de ser imediatamente distribuídas antes da recolha da amostra através de uma forte agitação. Para determinar o ferro solúvel total (inclusive os compostos de ferro complexos) é preciso filtrar a amostra. Os equipamentos e reagentes necessários à determinação do ferro total não estão incluídos no volume de fornecimento padrão.



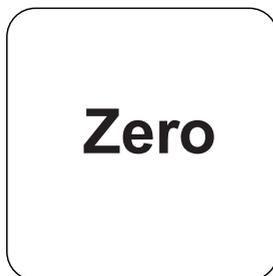
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de água desmineralizada**.



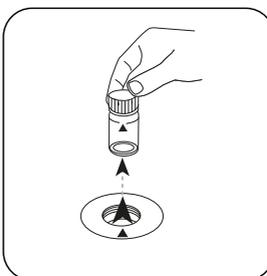
Fechar a(s) célula(s).



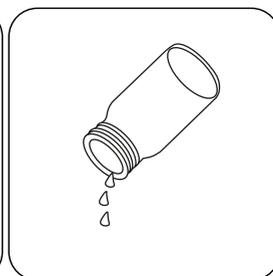
Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



Premir a tecla **ZERO**.



Retirar a célula do compartimento de medição.

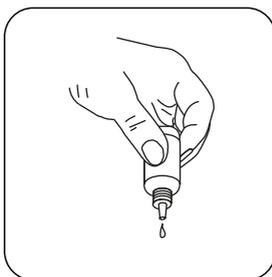


Esvaziar a célula.

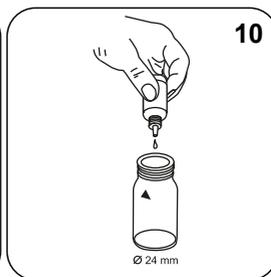
Nos equipamentos que **não requerem uma medição ZERO**, deve começar aqui.



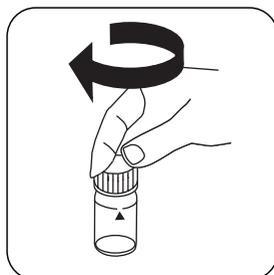
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de amostra preparada**.



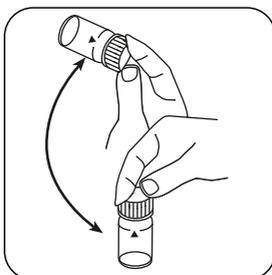
Manter os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



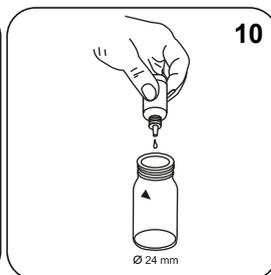
Adicionar **10 gotas KS60 (Acetate Buffer)**.



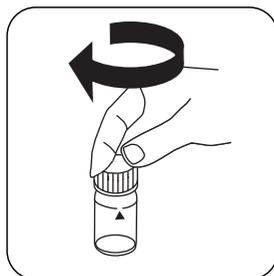
Fechar a(s) célula(s).



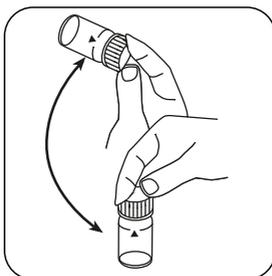
Misturar o conteúdo girando.



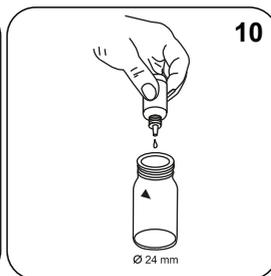
Adicionar **10 gotas Iron Reagent FE6**.



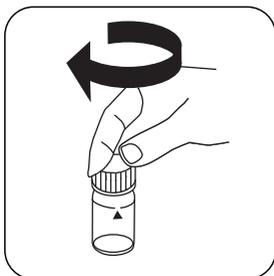
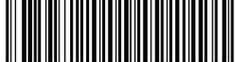
Fechar a(s) célula(s).



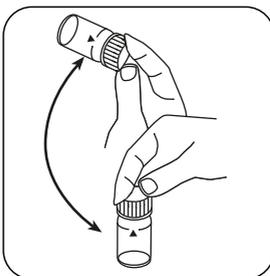
Misturar o conteúdo girando.



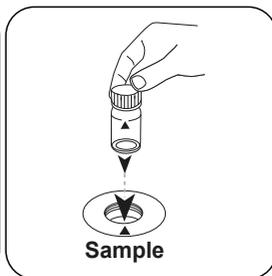
Adicionar **10 gotas KS65 (Ferrozine)**.



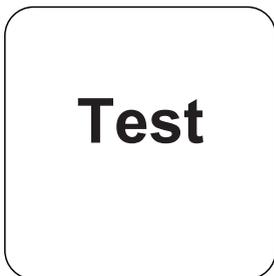
Fechar a(s) célula(s).



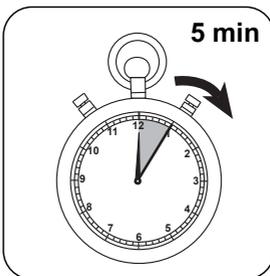
Misturar o conteúdo girando.



Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



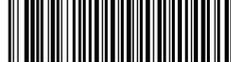
Premir a tecla **TEST** (XD: **START**).



Aguardar **5 minuto(s) de tempo de reação**.

Decorrido o tempo de reação, a medição é efetuada automaticamente.

No visor aparece o resultado em mg/L Ferro total ou ao utilizar uma amostra filtrada em mg/l Ferro solúvel total.



## Método Químico

Ferrozine / Thioglycolate

## Apêndice

### Função de calibração para fotômetros de terceiros

$$\text{Conc.} = a + b \cdot \text{Abs} + c \cdot \text{Abs}^2 + d \cdot \text{Abs}^3 + e \cdot \text{Abs}^4 + f \cdot \text{Abs}^5$$

	∅ 24 mm	□ 10 mm
a	$-2.46542 \cdot 10^{-2}$	$-2.46542 \cdot 10^{-2}$
b	$1.04803 \cdot 10^{+0}$	$2.25326 \cdot 10^{+0}$
c		
d		
e		
f		

## Texto de Interferências

### Interferências Removíveis

- Uma elevada concentração de molibdénio causa, se usar KS63 (ferrozine/tioglicolato), uma cor amarela intensa. Neste caso, precisa de um valor químico em branco:
  - Preparar duas células de 24 mm limpas.
  - Identificar uma célula como célula zero.
  - Introduzir numa célula de 24 mm limpa **10 ml de amostra** (célula zero).
  - Introduzir na célula **10 gotas KS63 (tioglicolato)** .
  - Fechar a célula com a tampa de célula e misturar o conteúdo girando.
  - Colocar a célula zero no compartimento da célula. Observar o posicionamento.
  - Premir a tecla **ZERO** .
  - Retirar a célula do compartimento da célula.
  - Introduzir numa segunda célula de 24 mm limpa **10 ml de amostra** (célula de amostra).
  - Introduza **10 gotas de KS60 (tampão Acatate)** e continue conforme descrito.



<b>Interferências</b>	<b>a partir de / [mg/L]</b>
Co	8
Cu	2
Oxalat	500
CN <sup>-</sup>	10
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	

**Bibliografia**

D. F. Boltz and J. A. Howell, eds., Colorimetric Determination of Nonmetals, 2nd ed., Vol. 8, p. 304 (1978). Carpenter, J.F. "A New Field Method for Determining the Levels of Iron Contamination in Oilfield Completion Brine", SPE International Symposium (2004)