

TN LR TT

M280

0.5 - 25 mg/L N<sup>b)</sup>

Digestão por Persulfato

## 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, MultiDirect | ø 16 mm | 430 nm    | 0.5 - 25 mg/L N <sup>b)</sup> |
| SpectroDirect, XD 7000, XD 7500     | ø 16 mm | 410 nm    | 0.5 - 25 mg/L N <sup>b)</sup> |

## Material

Material necessário (parcialmente opcional):

| Reagentes                      | Unidade de Embalagem | Código do Produto |
|--------------------------------|----------------------|-------------------|
| VARIO Nitrogénio Total LR, Set | 1 Conjunto           | 535550            |

São necessários os seguintes acessórios.

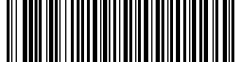
| Acessórios          | Unidade de Embalagem | Código do Produto |
|---------------------|----------------------|-------------------|
| Termorreator RD 125 | 1 pc.                | 2418940           |

## Lista de Aplicações

- Tratamento de Esgotos
- Tratamento de Água Potável
- Tratamento de Água Bruta

## Preparação

1. As grandes quantidades de compostos orgânicos sem nitrogénio que estão incluídas em algumas amostras podem prejudicar a eficácia da digestão, na medida em que consomem parcialmente o reagente persulfato. As amostras, nas quais se sabe, que contêm grandes quantidades de compostos orgânicos, têm de ser diluídas e novamente digeridas e medidas, de modo a verificar a eficácia da digestão.



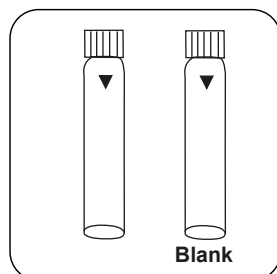
## Notas

1. O reagente de persulfato não pode chegar à rosca das células. Para remover reagente de persulfato vertido ou salpicado, deve limpar bem a rosca de célula com um pano limpo.
2. Dosear o volume da amostra e o valor zero com pipetas cheias de 2 ml (Classe A).
3. Por cada conjunto de amostras basta uma célula zero.
4. Os reagentes TN hidróxidos LR, TN persulfatos Rgt. e TN reagente B possivelmente não se dissolvem completamente.
5. A célula zero pode (guardada no escuro) ser usada durante 7 dias, desde que as amostras contramedidas tenham sido colocadas com o mesmo lote de reagentes.

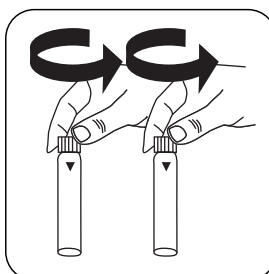


## Realização da determinação Nitrogénio, total LR com teste de célula Vario

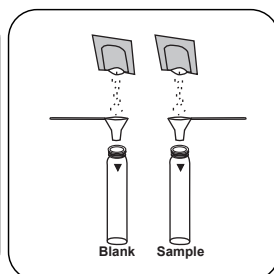
Escolher o método no equipamento.



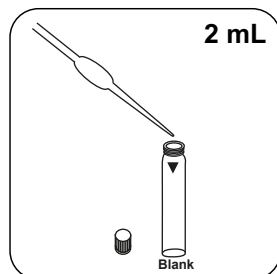
Preparar duas **células de digestão TN Hydroxide LR**. Identificar uma célula como célula zero.



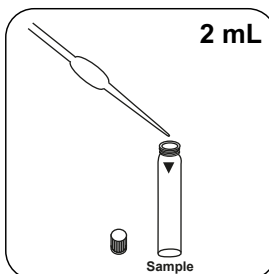
Abrir as células.



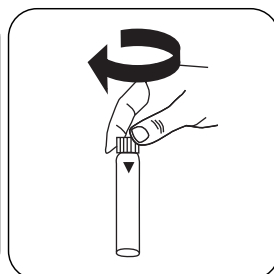
Introduzir em cada célula um pacote de pó Vario TN Persulfate Rgt..



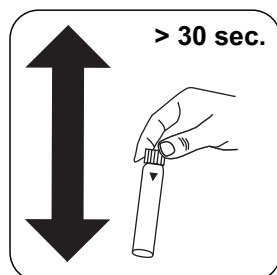
Adicionar **2 mL de água desmineralizada** à célula zero.



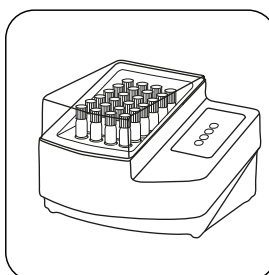
Adicionar **2 mL de amostra** à célula de amostra.



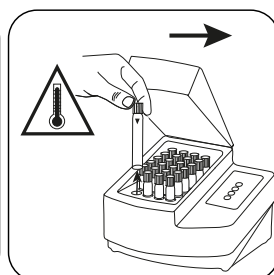
Fechar a(s) célula(s).



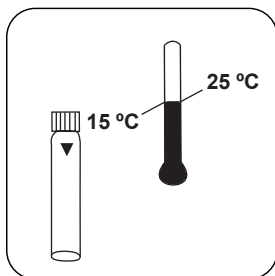
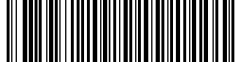
Misturar o conteúdo agitando fortemente (> 30 sec.).



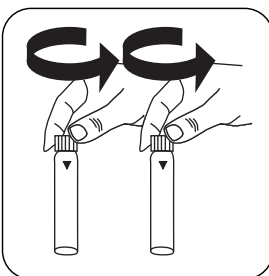
Digerir a(s) célula(s) no reator térmico pré-aquecido durante **30 minutos a 100 °C**.



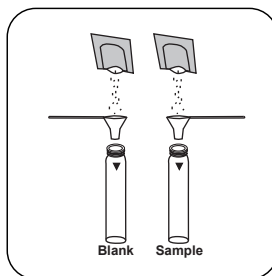
Retirar a célula do reator térmico. **(Atenção: A célula está quente!)**



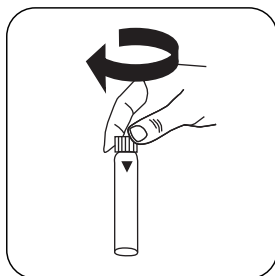
Deixar a amostra arrefecer até à **temperatura ambiente** .



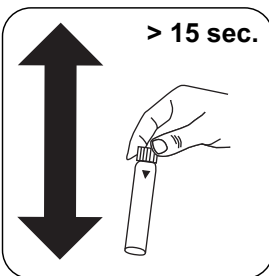
Abrir as células.



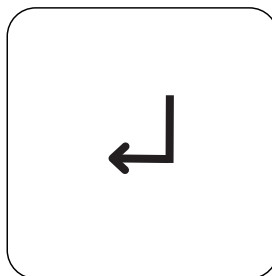
Introduzir em cada célula um pacote de pó Vario TN Reagent A.



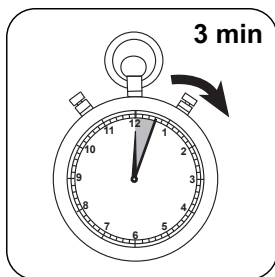
Fechar a(s) célula(s).



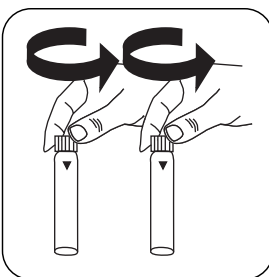
Misturar o conteúdo girando (> 15 sec.).



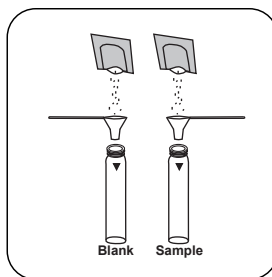
Premir a tecla **ENTER**.



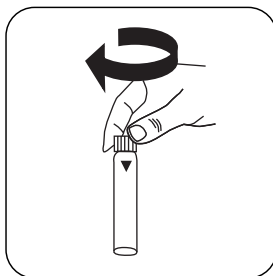
Aguardar **3 minuto(s)** de tempo de reação.



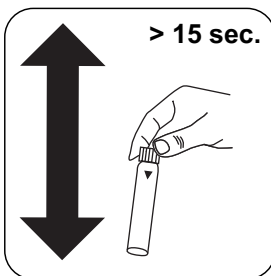
Abrir as células.



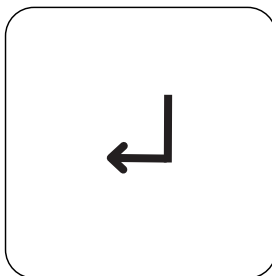
Introduzir em cada célula um pacote de pó Vario TN Reagent B.



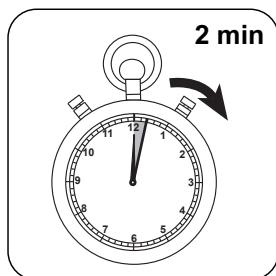
Fechar a(s) célula(s).



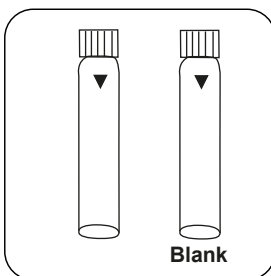
Misturar o conteúdo girando (> 15 sec.).



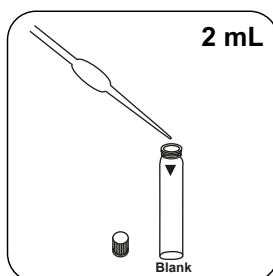
Premir a tecla **ENTER**.



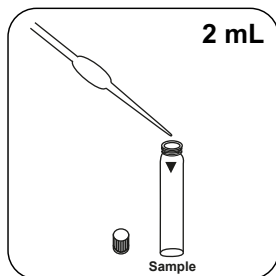
Aguardar **2 minuto(s)** de tempo de reação.



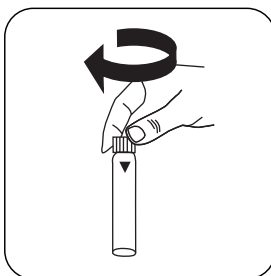
Preparar duas **células TN Acid LR/HR (Reagent C)**. Identificar uma célula como célula zero.



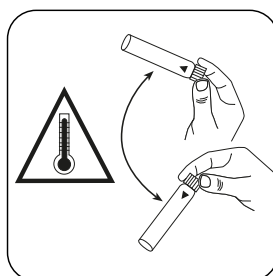
Introduzir na célula zero **2 mL da amostra zero preparada e digerida**.



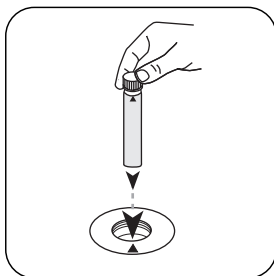
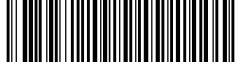
Introduzir **2 mL da amostra preparada e digerida** na célula de amostra.



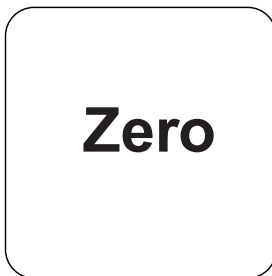
Fechar a(s) célula(s).



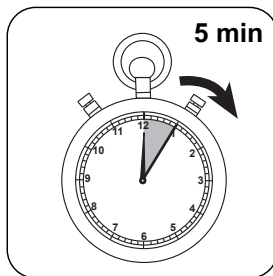
Misturar o conteúdo girando com cuidado (10 x).  
**Atenção: Formação de calor!**



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

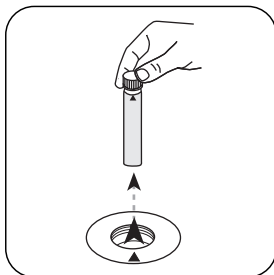


Premir a tecla **ZERO**.

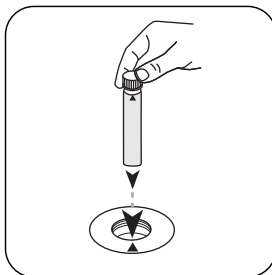


Aguardar **5 minuto(s)** de tempo de reação.

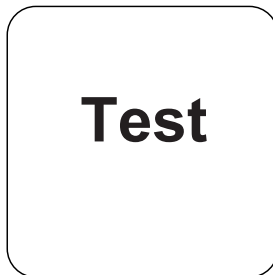
Decorrido o tempo de reação, a medição é efetuada automaticamente.



Retirar a **célula** do compartimento de medição.

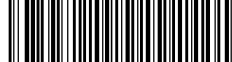


Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



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

No visor aparece o resultado em mg/L Nitrogénio.



## Análises

A tabela a seguir identifica os valores de saída que podem ser convertidos em outras formas de citação.

| Unidade | Forma de citação | Fator de conversão |
|---------|------------------|--------------------|
| mg/l    | N                | 1                  |
| mg/l    | NH <sub>4</sub>  | 1.288              |
| mg/l    | NH <sub>3</sub>  | 1.22               |

## Método Químico

Digestão por Persulfato

## Apêndice

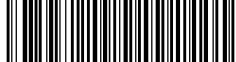
### Função de calibração para fotômetros de terceiros

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

|   | ø 16 mm                 |
|---|-------------------------|
| a | $2.32198 \cdot 10^{-1}$ |
| b | $4.83314 \cdot 10^{-1}$ |
| c |                         |
| d |                         |
| e |                         |
| f |                         |

### Texto de Interferências

| Interferências   | a partir de / [mg/L] |
|------------------|----------------------|
| Cr <sup>6+</sup> | 5                    |
| Fe <sup>2+</sup> | 50                   |
| Sn <sup>2+</sup> | 50                   |
| Ca <sup>2+</sup> | 100                  |
| Co <sup>2+</sup> | 100                  |
| Cu <sup>2+</sup> | 100                  |
| Fe <sup>3+</sup> | 100                  |
| Ni <sup>2+</sup> | 100                  |



| Interferências   | a partir de / [mg/L] |
|------------------|----------------------|
| Pb <sup>2+</sup> | 100                  |
| Zn <sup>2+</sup> | 100                  |
| Cd <sup>2+</sup> | 200                  |
| K <sup>+</sup>   | 500                  |
| Cl <sup>-</sup>  | 500                  |

### Bibliografia

1. M. Hosomi, R. Sudo, Simultaneous determination of total nitrogen and total phosphorus in freshwater samples using persulfate digestion, Int. J. of. Env. Stud. (1986), 27 (3-4), p. 267-275
2. ISO 23697-2, Water quality — Determination of total bound nitrogen (ST-TNb) in water using small-scale sealed tubes — Part 2: Chromotropic acid colour reaction

<sup>a</sup>Reactor necessário para DQO (150 ° C), TOC (120 ° C) e crómio total, - fosfato, azoto (100 ° C)