



Ferro LR L (A)

M225

0.03 - 2 mg/L Fe

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 100, MD 110, 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	65 mL	56L013565
Tampão de dureza cálcica CH2	65 mL	56L014465
KP962-Amônio Persulfato de amônio em pó	Pó / 40 g	56P096240
KS63-FE6 tioglicolato/molibdato HR RGT	30 mL	56L006330
KS63-FE6 tioglicolato/molibdato HR RGT	65 mL	56L006365
KS61-FE5-Ferrozina/Thioglicolato	65 mL	56L006165
Iron LR Reagent Set	1 pc.	56R018990

## Lista de Aplicações

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



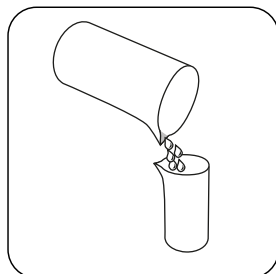
## Preparação

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.

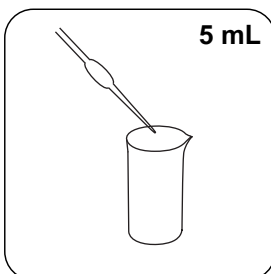


## Digestão

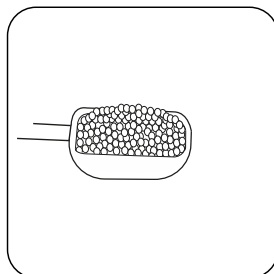
O ferro total é composto por ferro solúvel, complexante e suspenso. A amostra não pode ser filtrada antes da medição. Para assegurar uma homogeneização da amostra, as partículas depositadas têm de ser imediatamente distribuídas antes da recolha da amostra através de uma forte agitação. Para determinar 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.



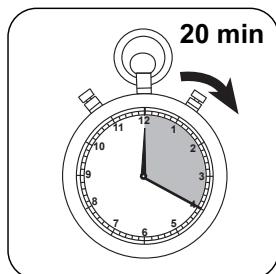
Encher um recipiente de digestão adequado com **50 mL de amostra homogeneizada**.



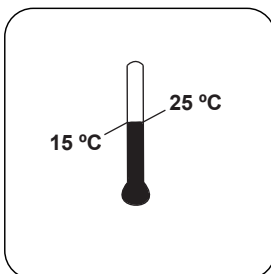
Adicionar **5 mL 1:1 ácido clorídrico**.



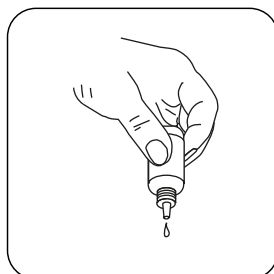
Adicionar **uma colher medida KP 962 (Ammonium Persulfat Powder)**.



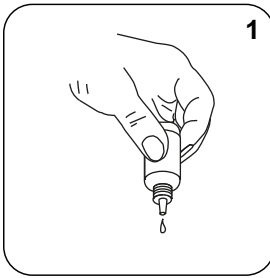
A amostra deve **cozer 20 minutos**. Deve ser mantido um volume de amostra de 25 mL; encher eventualmente com água desmineralizada.



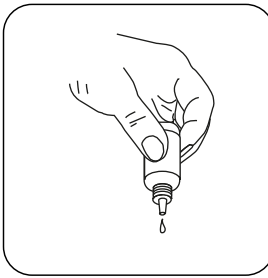
Deixar a amostra arrefecer até à **temperatura ambiente**.



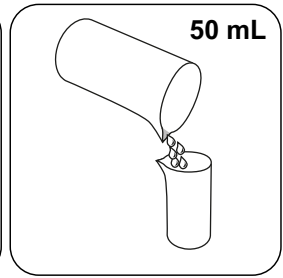
Mantiver os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



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 (A) total com reagente líquido

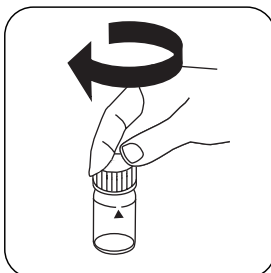
Escolher o método no equipamento.

Para a determinação de **Ferro, total LR** deve realizar a **digestão** descrita.

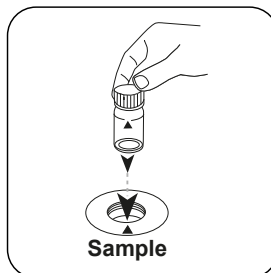
Para este método, uma medição ZERO não precisa ser realizada todas as vezes nos seguintes dispositivos: XD 7000, XD 7500



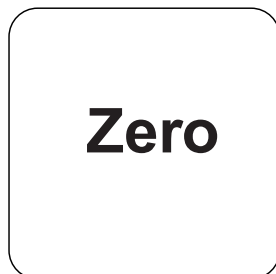
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de água desmineralizada**.



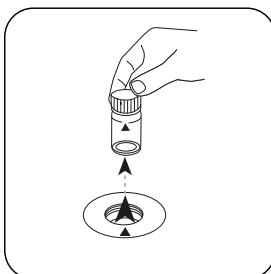
Fechar a(s) célula(s).



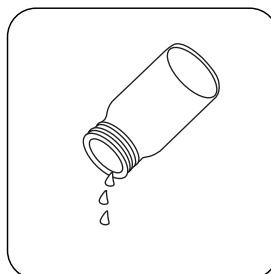
Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



Premir a tecla **ZERO**.



Retirar a célula do compartimento de medição.

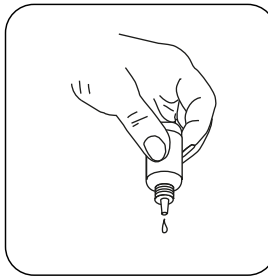


Esvaziar a célula.

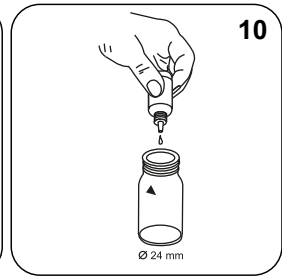
Nos equipamentos que **não requerem uma medição ZERO**, deve começar aqui.



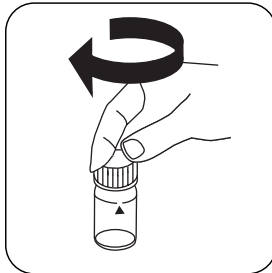
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de amostra preparada**.



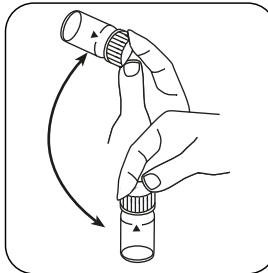
Manter os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



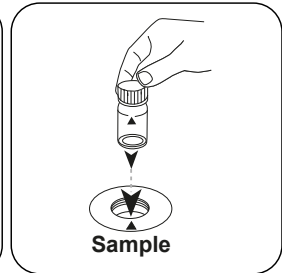
Adicionar **10 gotas Iron Reagent FE5**.



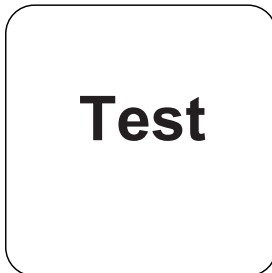
Fechar a(s) célula(s).



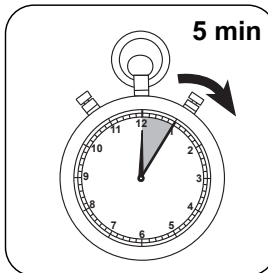
Misturar o conteúdo girando.



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.

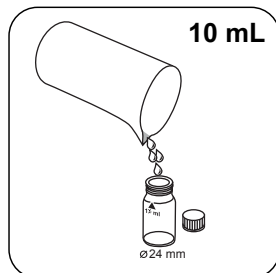


## Realização da determinação Ferro LR (A) com reagente líquido

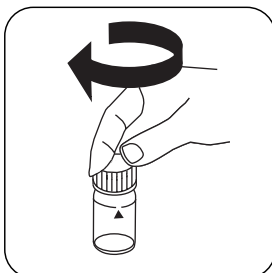
Escolher o método no equipamento.

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

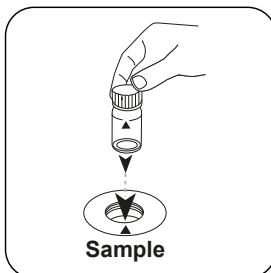
Para uma determinação do ferro total dissolvido, a amostra tem de ser filtrada antes da determinação (dimensão dos poros 0,45  $\mu\text{m}$ ). Caso contrário, as partículas de ferro e o ferro suspenso serão igualmente determinados.



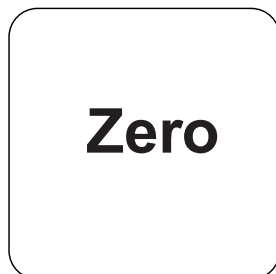
Encher a célula de 24 mm com **10 mL de amostra preparada**.



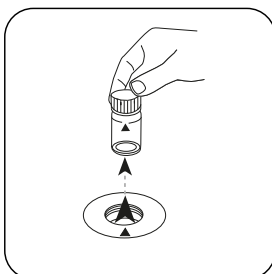
Fechar a(s) célula(s).



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

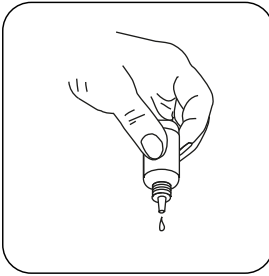


Premir a tecla **ZERO**.

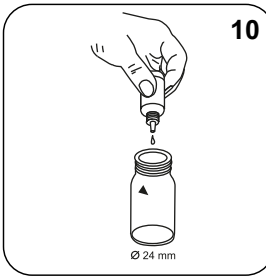


Retirar a célula do compartimento de medição.

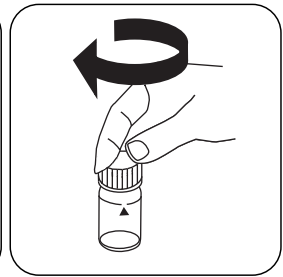
Nos equipamentos que **não requerem uma medição ZERO**, deve começar aqui.



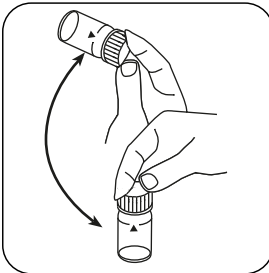
Manter os frascos conta gotas na vertical e pressionar lentamente para adicionar gotas de igual dimensão.



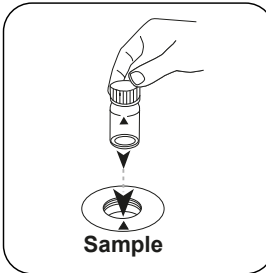
Adicionar **10 gotas Iron Reagent FE5**.



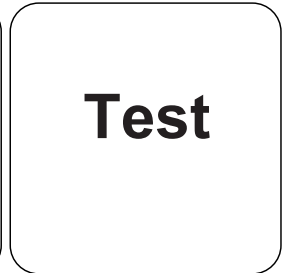
Fechar a(s) célula(s).



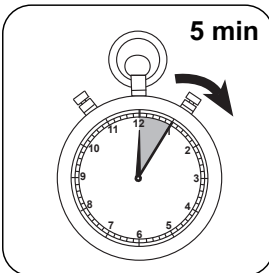
Misturar o conteúdo girando.



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.





## 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	$-2.05635 \cdot 10^{-2}$	$-2.05635 \cdot 10^{-2}$
b	$9.74475 \cdot 10^{-1}$	$2.09512 \cdot 10^{+0}$
c		
d		
e		
f		

## Texto de Interferências

### Interferências Removíveis

- Uma elevada concentração de molibdénio causa, se usar KS61 (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 KS61 (ferrozine/tioglicolato)** 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)