



NORMA TÉCNICA

L5.184

Nov/1991
9 PÁGINAS

Água - determinação de ferro - método colorimétrico-automático com orto-fenantrolina: método de ensaio

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

<http://www.cetesb.sp.gov.br>

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE FERRO - MÉTODO COLORIMÉTRICO-AUTOMÁTICO COM ORTO-FENANTROLINA	L5.184
	Método de ensaio	NOV/91

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Documento complementar.....	1
3 Definições.....	1
4 Aparelhagem.....	1
5 Execução do ensaio.....	2
6 Resultados.....	4
Anexo A - Esquema de montagem.....	7
Anexo B - Referências bibliográficas.....	9

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de ferro total e ferro solúvel em amostras de águas naturais e de abastecimento.

1.2 O presente método se aplica para a determinação das diversas formas de ferro em concentrações de 0,01 a 1,00 mg/L. Para valores superiores a 1,00 mg/L é feita a diluição da amostra.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições de 3.1 e 3.2.

3.1 Ferro total

É a quantidade total de ferro presente, nas formas solúvel, ou insolúvel nos estados bivalentes ou trivalentes.

3.2 Ferro solúvel

É a porção de ferro presente na amostra após a filtração por membrana de 0,45 µm.

4 APARELHAGEM

4.1 Vidraria, materiais e equipamentos

Nota: A vidraria empregada para a determinação de ferro deve ser lavada com solução de ácido nítrico 1:1 ou solução de ácido clorídrico 1:1 ou solução sulfocrômica e enxaguada em seguida

da com água destilada e desionizada.

- 4.1.1 Frasco Erlenmeyer, vidro borossilicato de 125 mL.
- 4.1.2 Pipetas volumétricas, diversos volumes.
- 4.1.3 Balões volumétricos. vidro borossilicato, diversos volumes.
- 4.1.4 Frascos Kitassato de 500 mL.
- 4.1.5 Sistema de filtração a vácuo para membrana de 0,45 μm .
- 4.1.6 Bomba de vácuo.
- 4.1.7 Béqueres de 250 mL.
- 4.1.8 Provetas graduadas, diversos volumes.
- 4.1.9 Vidro de relógio.
- 4.1.10 Pérolas de ebulição.
- 4.1.11 Chapa de aquecimento para evaporação.
- 4.1.12 Analisador automático.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método

Para as formas de ferro total e ferro solúvel, a amostra é acidificada com ácido tioglicólico para assegurar a conversão de ferro orgânico para o estado iônico a uma temperatura de 85-90°C. Uma alíquota da amostra é misturada com solução combinada de acetato de sódio-cloridrato de hidroxilamina. O acetato de sódio proporciona um tampão adequado e o cloridrato de hidroxilamina reduz o ferro trivalente a ferro bivalente. O desenvolvimento da cor ocorre quando o ferro no estado bivalente reage com 1,10 fenantrolina. A intensidade de cor é proporcional à concentração de ferro, mensurável a 580 nm.

5.2 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a.-A.C.S.

5.2.1 Água destilada e desionizada isenta de Fe.

5.2.2 Ácido clorídrico concentrado, HCl.

5.2.3 Ácido tioglicólico (Mercapto acético) 80%

Adicionar 100 mL de ácido tioglicólico, $\text{C}_2\text{H}_4\text{SO}_2$, em 800 mL de água destilada e desionizada (5.2.1). Diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada (5.2.1) e homogeneizar.

5.2.4 Solução acetato de sódio - cloridrato de hidroxilamina

Dissolver 100 g de acetato de sódio, C_2H_3Na e 100 g de cloridrato de hidroxilamina, $NH_2OH.HCl$, em 600 mL de água destilada e desionizada (5.2.1). Após a dissolução, diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada (5.2.1) e homogeneizar. Em seguida ajustar o pH para 4,20 com ácido clorídrico concentrado (5.2.2).

5.2.5 Solução de orto-fenantrolina

Dissolver 1,0 g de 1,10 Fenantrolina monohidratada, $C_{12}H_8N_2.H_2O$ em 800 mL de água destilada e desionizada, aquecendo até $80^{\circ}C$, sem deixar ferver. O aquecimento se torna desnecessário se forem acrescentadas duas gotas de ácido clorídrico concentrado (5.2.2) à água destilada e desionizada (5.2.1). Após a dissolução, diluir a 1 000 mL e homogeneizar.

5.2.6 Solução-estoque de ferro (200 mg/L)

Usar fio de ferro eletrolítico ou fio de ferro padrão. Se for necessário, lixar o fio com uma lixa fina para remover qualquer camada de óxido para obter uma superfície brilhante. Pesar exatamente 200,0 mg de fio de ferro eletrolítico ou fio de ferro padrão. Transferir para um béquer de 250 mL. Adicionar 40 mL de ácido sulfúrico 6N. Cobrir o béquer com vidro de relógio e aquecer até a dissolução do ferro, com o cuidado de não levar à secura. Esfriar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1 000 mL e completar o volume com água destilada e desionizada (5.2.1).

$$1 \text{ mL} = 200 \text{ } \mu\text{g Fe}$$

5.2.7 Solução-padrão de ferro (100 mg/L)

Diluir 50 mL de solução-estoque de ferro (5.2.6) a 100 mL com água destilada e desionizada (5.2.1) em balão volumétrico.

5.3 Interferentes

5.3.1 Cor e turbidez em quantidades consideráveis interferem.

5.3.1 Quantidade excessiva de matéria orgânica interfere.

5.3.2 Agentes oxidantes interferem, e são eliminados pelo cloridrato de hidroxilamina durante o processamento da amostra.

5.3.4 Bismuto, cádmio, mercúrio, prata e molibdato interferem por que precipitam com a fenantrolina.

5.3.5 Cianetos, nitritos, fosfatos interferem.

5.3.6 Cromo e zinco em concentrações superiores a 10 vezes a concentração de ferro, cobalto e cobre em concentrações superiores a 5 mg/L e níquel em concentrações superiores a 2 mg/L interferem, uma vez que a fenantrolina também se complexa com os outros metais além do ferro.

5.4 Coleta de amostras

As amostras para a determinação das várias formas de ferro são coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

5.5 Procedimento

Em vista da variedade de marcas e modelos de equipamentos para a determinação de ferro, é recomendado seguir as instruções para funcionamento e as condições de operação constantes do manual que acompanha o instrumento.

5.5.1 Construção da curva-padrão

Preparar soluções-padrão de várias concentrações de ferro, fazendo diluições da solução-padrão (5.2.7) em balão volumétrico, conforme a Tabela.

TABELA - Diluições da solução-padrão

Concentração de Fe mg/L	mL da solução (5.2.7) a elevar a 1 000 mL com água destilada (5.2.1)
0,1	1
0,2	2
0,3	3
0,4	4
0,5	5
0,6	6
0,7	7
0,8	8
0,9	9
1,0	10

cela de fluxo = 50 mm

comprimento de onda = 580 nm

6 RESULTADOS

Construir uma curva % transmitância x concentração de Fe (mg/L), uti

lizando papel monolog. A partir da curva padrão, elaborar uma Tabela relacionada com % de transmitância x mg/L de Fe.

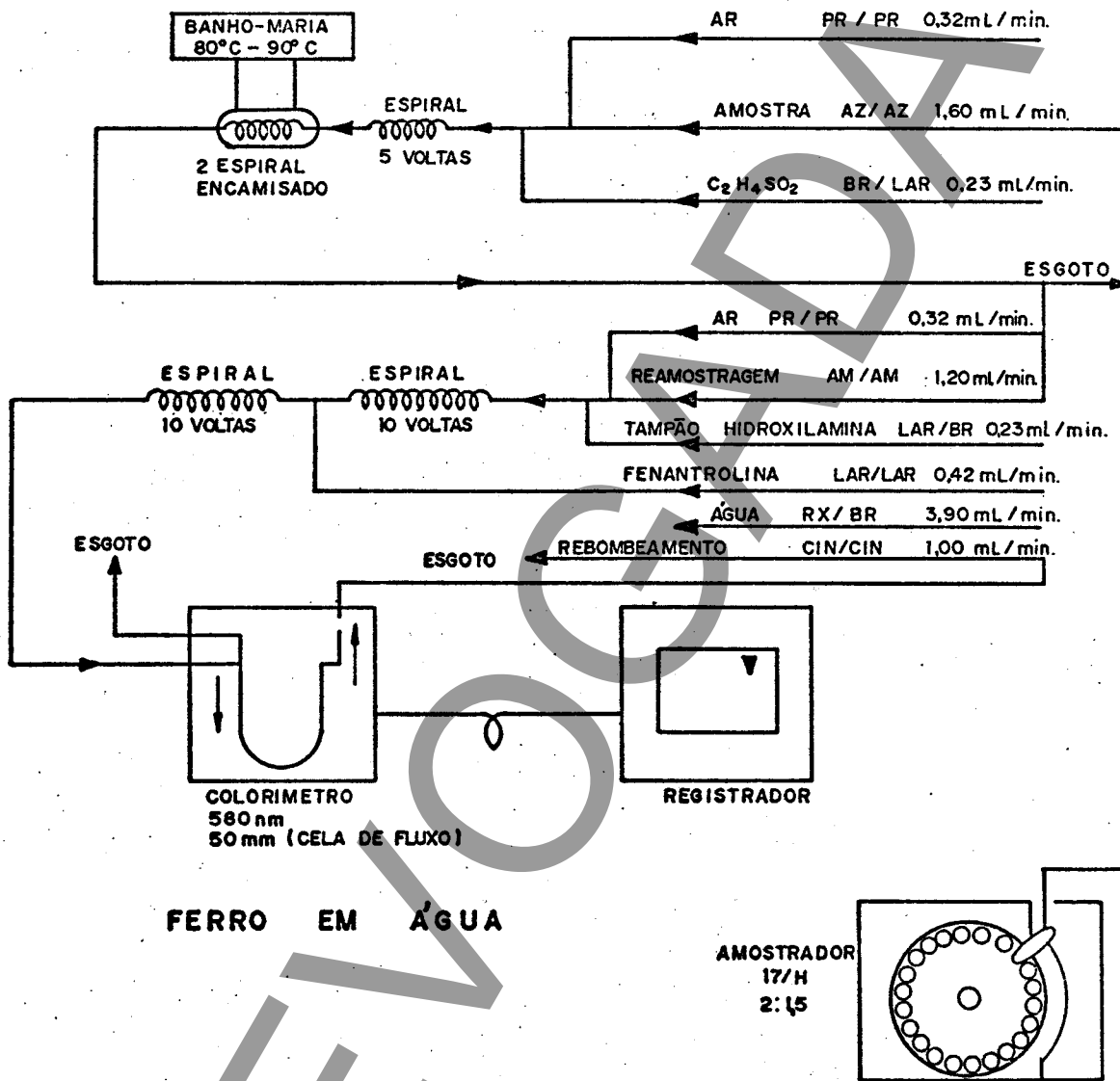
Nota: Opcionalmente, pode-se fazer a regressão linear e com a equação obtida elaborar uma tabela.

/ANEXO A

REVOGADA

REVOGADA

ANEXO A - ESQUEMA DE MONTAGEM



REVOGADA

ANEXO B - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

B-1 TECHNICON - Autoanalyzer Methodology. September 1971.

B-2 AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 17^a ed. New York, APHA, AWWA, WPCF, 1990.

REVOGADA