

Hipoclorito de Sódio - Determinação de Ferro - E.VIS./KSCN

1. INTRODUÇÃO:

Não necessário.

2. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA:

2.1.ORIGEM:

-ABNT NBR-8076, Soda cáustica líquida - Determinação de ferro - Método espectrof. Visível com ortofenantrolina (método A) e tiocianato de potássio (método B) - 2004 (Adaptada).

-MB-2236, Determinação de ferro em níquel pelo método fotométrico com Tiocianato de Amônio, 1985 (Adaptada).

-Caustic Soda Handbook, Diamond Shamrock, 1977 (Adaptada).

2.2.COMPLEMENTARES:

Para aplicação deste método é necessário consultar:

-Nada a consultar.

3. REAGENTES UTILIZADOS:

3.1.Ácido Clorídrico conc. p.a.

3.2.Solução de KSCN 2 N p.a.

3.3.Água destilada.

4. APARELHAGEM:

4.1.Pipeta graduada de 10 mL.

4.2.Pipeta volumétrica de 25 mL.

4.3.Balão volumétrico de 50 mL.

4.4.Béquer de 300 mL.

4.5.Chapa aquecedora.

4.6.Dispenser.

4.7.Espectrofotômetro Visível.

4.7.1.Parâmetros do Instrumento:

-comprimento de onda = 470 nm.

-fenda = 1,0 nm.

-cubeta = Material de Quartzo.

= Caminho óptico 10 mm.

= Marcação voltada para o detector.

5. PROCEDIMENTO:

5.1.Executar os procedimentos 5.4. e 5.5. em capela de exaustão.

5.2.Pipetar 25 mL de amostra (Vam), com pipeta volumétrica para um béquer de 300 mL.

5.3.Adicionar 50 mL de água destilada.

5.4.Adicionar 15 mL de ácido clorídrico conc., com pipeta graduada.

5.5.Aquecer a solução até eliminar todos os vapores de cloro da solução. Deixar esfriar.

5.6.Transferir quantitativamente o conteúdo do béquer para um balão volumétrico de 50 mL.

5.7.Adicionar 5 mL de solução de KSCN 2 N, com dispenser.

5.8.Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

- 5.9. Preparar prova em branco, utilizando todos os reagentes com exceção da amostra.
5.10. Efetuar leituras em absorvância (ABS_{am} e ABS_{pb}) no espectrofotômetro visível, não ultrapassar 15 minutos.

6. CÁLCULOS:

6.1. FÓRMULA:

$$\text{Fe (mg/L)} = \frac{(\text{ABS}_{\text{am}} - \text{ABS}_{\text{pb}}) \times K}{V_{\text{am}}}$$

Onde: ABS_{am} = Absorvância da amostra.

ABS_{pb} = Absorvância da prova em branco.

K = Constante da curva de calibração de ferro do Espectrofotômetro.

V_{am} = Volume de amostra, em mL.

7. CARACTERÍSTICAS DE DESEMPENHO:

7.1. PRECISÃO:

O dado de Reprodutibilidade Interna abaixo foi extraído do Estudo de Precisão executado em 2000 no Laboratório da Carbocloro.

7.1.1. Reprodutibilidade Interna (Precisão Intermediária):

O Limite da Reprodutibilidade (R) para esta determinação é de 0,2 mg/L de Fe.

Sob condições de reprodutibilidade e com probabilidade de 95%, dois resultados de uma mesma amostra são considerados suspeitos se diferirem mais do que 0,2 mg/L de Fe.

Exemplo: Os resultados 1,0 mg/L e 1,3 mg/L diferem de 0,3 mg/L, portanto são considerados suspeitos.

7.2. EXATIDÃO:

Não determinada.

7.3. EXPRESSÃO DE RESULTADOS:

Expressar o resultado com 01 dígito após a vírgula, sendo que o menor valor a ser expresso é 0,1 mg/L de Fe.