

Cloro, Livre

★ Método 8021

Método DPD¹

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

(0.02 a 2.00 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para o teste de cloro livre (ácido hipocloroso e ion hipoclorito) em água, águas tratadas, estuários e água do mar. Aceito pela USEPA para análises de água potável.²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² O procedimento é equivalente ao método 330.5 USEPA e Método Padrão 4500-Cl G para água potável.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Se o teste exceder os limites, diluir a amostra com volume conhecido de água sem demanda de cloro e de alta qualidade e repetir o teste. Devido à diluição, pode ocorrer certa perda de cloro. Multiplicar o resultado pelo fator de diluição.

Alternativamente, as amostras com altas concentrações de cloro pode ser analisadas diretamente sem a diluição, usando o Método 10069, Cloro, Livre HR.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacote de reagente de cloro livre DPD em pó	1
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL	2
Teste AccuVac:	
Ampola AccuVac de reagente de cloro livre DPD	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL redonda	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

Nota: O dispensador SwifTest para Cloro Livre pode ser utilizado em vez do pacote de reagente em pó na etapa 6.

Nota Importante: Analisar as amostras imediatamente. Não guardar para análise posterior.

Pacotes de reagente em pó

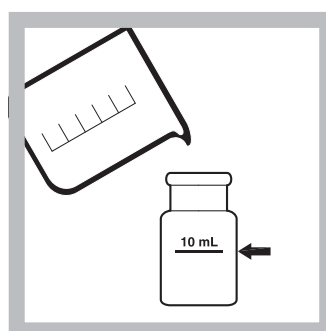
Método 8021



1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



2. Selecionar a análise.

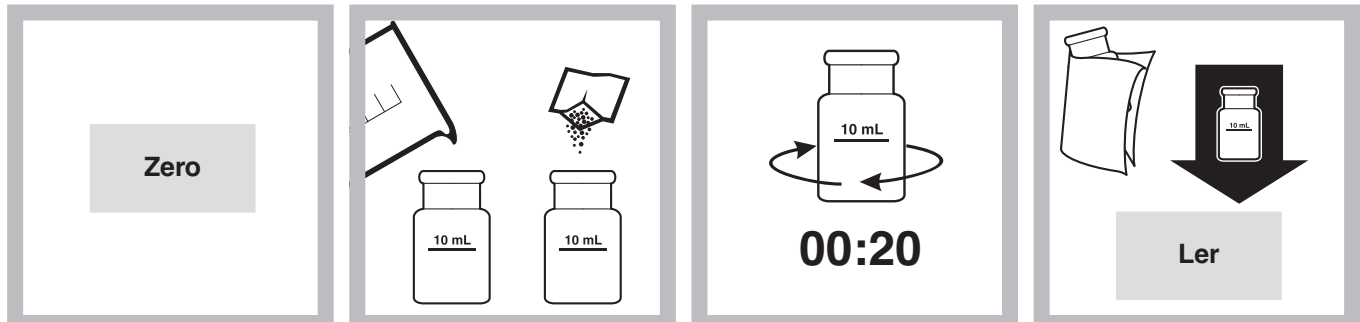


3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



4. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Cloro, Livre (0.02 a 2.00 mg/L)



5. Pressionar ZERO.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L Cl₂

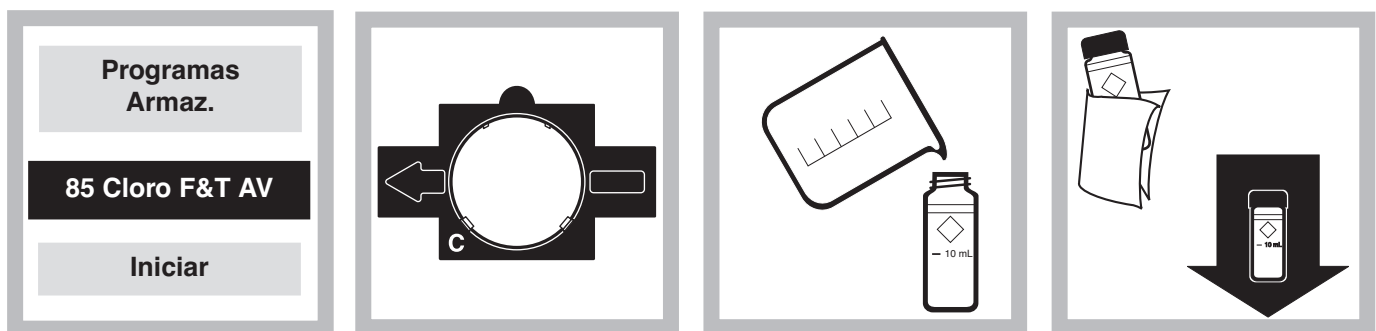
6. Amostra Preparada:
Encher uma segunda célula quadrada com 10 mL da amostra.
Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de cloro livre DPD em pó à célula de amostra.

7. Revolver a célula de amostra por 20 segundos para misturar.
A presença de cloro é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração rosa. Proceder com a etapa 8 imediatamente.

8. Em um minuto após adicionar o reagente, limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L Cl₂.

Ampolas AccuVac

Método 8021

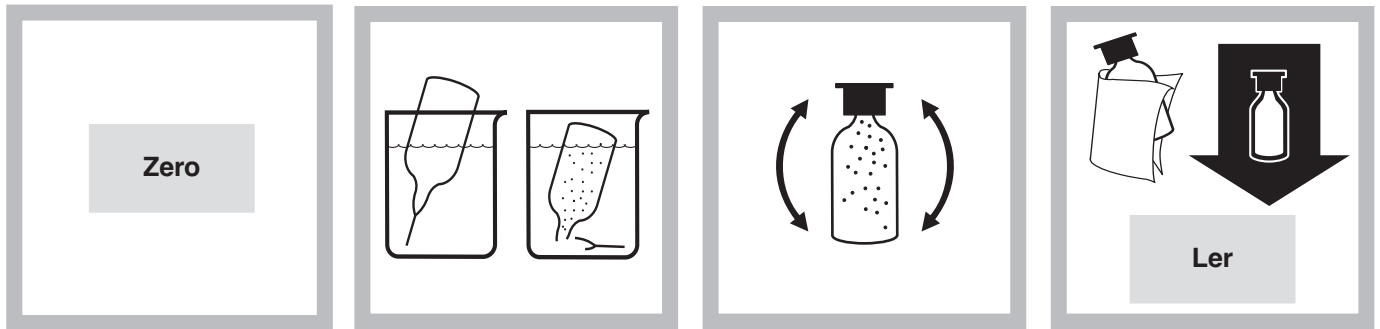


1. Selecionar a análise.

2. Inserir o adaptador C.

3. Preparação do branco: Encher uma célula de amostra redonda com 10-mL da amostra.

4. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra.



5. Pressionar ZERO.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L Cl₂

6. Amostra preparada:
Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL.

Encher uma ampola AccuVac de reagente DPD de cloro livre com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.

7. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar.

8. Dentro de um minuto após adicionar a amostra, limpe a ampola de AccuVac e insira-a no suporte de célula de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L Cl₂.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Acidez	Maior que 150 mg/L de CaCO ₃ . Pode não desenvolver uma coloração completa ou a cor pode desaparecer instantaneamente. Neutralizar ao pH 6–7 com hidróxido de sódio 1 N ¹ . Determinar a quantidade a ser adicionada na alíquota de amostra separada, depois adicionar a mesma quantidade à amostra sendo testada. Corrigir para adição de volume.
Alcalinidade	Maior que 250 mg/L de CaCO ₃ . Pode não desenvolver uma coloração completa ou a cor pode desaparecer instantaneamente. Neutralizar ao pH 6–7 com ácido sulfúrico 1 N ¹ . Determinar a quantidade a ser adicionada na alíquota de amostra separada, depois adicionar a mesma quantidade à amostra sendo testada. Corrigir para adição de volume.
Bromo, Br ₂	Interfere em todos os níveis.
Dióxido de cloro, ClO ₂	Interfere em todos os níveis.
Cloraminas, orgânica	Pode interferir
Dureza	Sem efeito se inferior a 1000 mg/L como CaCO ₃
Iodo, I ₂	Interfere em todos os níveis.
Manganês, oxidado (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) ou Cromo, oxidado (Cr ⁶⁺)	Ajustar pH da amostra para pH 6–7. Adicionar 3 gotas de iodeto de potássio ¹ (30-g/L) a 10-mL da amostra. Misturar e esperar um minuto. Adicionar 3 gotas de arseniato sódico ^{1, 2} (5-g/L) e misturar. Analisar 10 mL da amostra tratada conforme descrito no procedimento. Subtrair o resultado deste teste da análise original, para obter a concentração correta de cloro.
Monocloramina	Causa uma variação gradual para leituras mais altas. Quando a medida é realizada dentro de 1 minuto após a adição do reagente, 3 mg/L de monocloramina causam um aumento inferior a 0.1 mg/L na leitura.
Ozônio	Interfere em todos os níveis.
Peróxidos	Pode interferir

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis (continuado)

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
pH extremo de amostra ou amostras altamente tamponadas	Ajustar para o pH 6–7 usando ácido (ácido sulfúrico ¹ , 1.000 N) ou base (hidróxido de sódio ¹ , 1.00 N).

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

² As amostras tratadas com arseniato sódico quanto às interferências serão tratadas como resíduos perigosos, conforme classificado pelo Federal RCRA para arsênico (D004). Consulte a ficha de dados de segurança de material (MSDS) quanto à disposição correta de materiais perigosos.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Analisar as amostras de cloro logo após a coleta. O cloro livre é um agente oxidante forte e é instável em águas naturais. Ele reage rapidamente com vários compostos inorgânicos e mais lentamente, oxida compostos orgânicos. Diversos fatores, incluindo concentrações de reagentes, luz solar, pH, temperatura e salinidade influenciam na decomposição do cloro livre em água.

Evitar recipientes plásticos, visto que estes podem ter uma grande demanda de cloro. Pré-tratar os recipientes de amostra de vidro para remover qualquer demanda de cloro, lavando em uma solução alvejante diluída (1 mL de alvejante comercial para 1 litro de água deionizada) por no mínimo 1 hora. Lavar abundantemente com água deionizada ou destilada. Se depois do uso, os recipientes de amostra são cuidadosamente lavados com água deionizada ou destilada, o tratamento prévio dos mesmos será necessário apenas ocasionalmente.

Não usar as mesmas células de amostra para o cloro livre e total. A monocloramina interferirá se restos de iodeto do reagente de cloro total contaminar as amostras de cloro livre. É recomendável usar células separadas reservadas para a determinação do cloro livre e do cloro total.

Um erro comum ao testar o cloro é não obter uma amostra representativa. Se a amostra é coletada do registro, permita que a água corra por ao menos 5 minutos, para garantir uma amostra representativa. Deixar o recipiente transbordar com a amostra inúmeras vezes, depois tampar os recipientes de amostra, para que não haja espaço (ar) acima da amostra. Se a amostragem for realizada com uma célula de amostra, lave a célula diversas vezes com a amostra, depois encha cuidadosamente até a marca de 10-mL. Realizar a análise de cloro imediatamente.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um teclado é exibido. Introduzir a concentração média de cloro mostrada no certificado que acompanha as ampolas de cloro Voluette*. Pressionar **OK**.
3. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores,

*Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.

4. Quebre o gargalo de uma ampola padrão de cloro LR Voluette, 25–30 mg/L Cl₂.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.

***Nota:** Para ampolas AccuVac, encher três cilindros misturadores com 50 mL da amostra e contaminar com 0.4 mL, 0.8 mL e 1.2 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros misturadores para três béqueres de 50 mL. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Resumo do método

O cloro na amostra é um ácido hipocloroso ou íon hipoclorito (cloro livre ou cloro livre disponível) reage imediatamente com o indicador DPD (N,N-dietil-p-fenilenediamina) para formar uma coloração rosa, a intensidade é proporcional à concentração de cloro. Os resultados do teste são medidos a 530 nm.

Cloro, Livre (0.02 a 2.00 mg/L)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de cloro livre DPD em pó, 10 mL	1	100/pc.	21055-69
Ou			
Ampola AccuVac de reagente de cloro livre DPD	1		25020-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10-mL, com tampa	1	cada	21228-00

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução de cloro padrão, ampola 2-mL Voluette, 25–30 mg/L	20/pc.	26300-20

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Água livre de demanda de cloro	—	26415-49
Cilindro, misturador	25 mL	20886-40
Cilindro, misturador	50 mL	1896-41
Hidróxido de sódio, 1 N	100 mL	1045-32
Ácido sulfúrico, 1 N	100 mL	1270-32
Iodeto de potássio, 30-g/L	100 mL	343-32
Arseniato de sódio, 5-g/L	100 mL	1047-32
Dispensador SwifTest para cloro livre	—	28023-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Cloro, Total

★Método 8167

Método DPD¹

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

(0.02 a 2.00 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para teste de cloro residual e cloraminas em água, águas residuais, águas de estuário e água do mar; aceito pela USEPA para análises de água potável e águas residuais².

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² O procedimento é equivalente ao método 330.5 USEPA e Método Padrão 4500-Cl G para análise de água potável e águas residuais.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

As amostras devem ser analisadas imediatamente e não devem ser conservadas para análise posterior

Se o teste exceder os limites, diluir a amostra com volume conhecido de água sem demanda de cloro e de alta qualidade e repetir o teste. Devido à diluição, pode ocorrer certa perda de cloro. Multiplicar o resultado pelo fator de diluição. Ou analisar as amostras com concentrações altas de cloro diretamente, sem a diluição, usando o Método 10070, Cloro, Total HR.

Para o controle de desinfecção por cloraminação, usar o Método 10172, Cloramina (Mono), faixa baixa (número de programa number 66) ou faixa alta (número de programa 67).

O dispensador SwifTest¹ para Cloro Total pode ser utilizado em vez do pacote de reagente em pó na etapa 4.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacotes de reagente de cloro total DPD em pó, 10-mL	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2
Teste AccuVac:	
Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50 mL.	40 mL
Ampola AccuVac de reagente de cloro livre DPD	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL redonda	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

Nota: Após adicionar o reagente, a presença do cloro é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração rosa.

¹ Reagentes e aparelhos opcionais na página 6.

Pacotes de reagente em pó

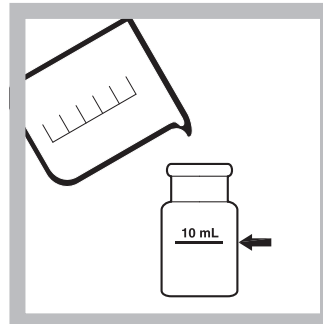
Método 8167



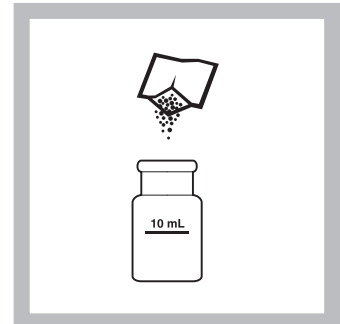
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



2. Seleccionar a análise.

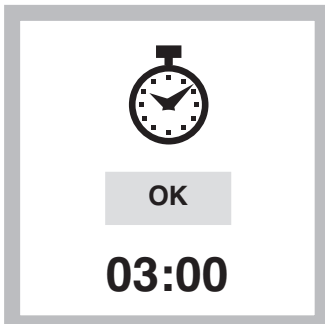


3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



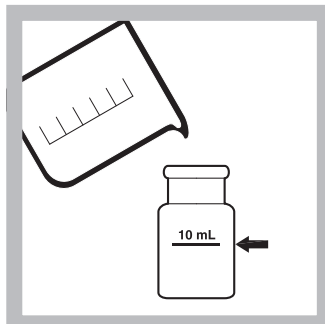
4. **Amostra preparada:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de cloro total DPD em pó à célula de amostra.

Revolver a célula de amostra por 20 segundos para misturar.

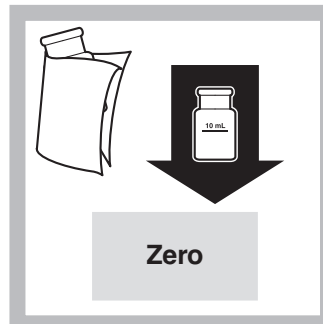


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 3 minutos se iniciará. Executar as etapas 6 e 7 durante este período.

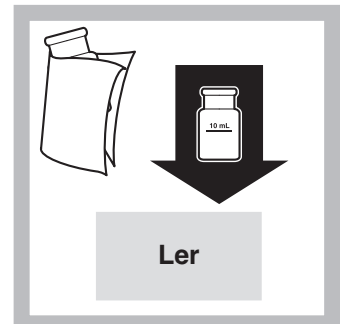


6. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10-mL da amostra.



7. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L Cl₂



8. Dentro de 3 minutos após o término do tempo, limpe a amostra preparada e inseri-la no suporte da célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

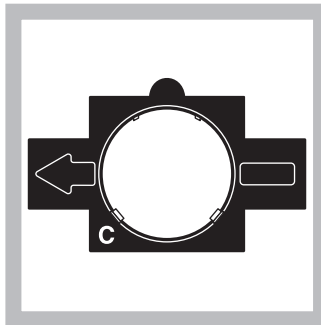
Os resultados são dados em mg/L Cl₂.

Ampolas AccuVac

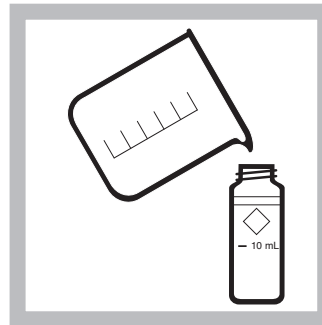
Método 8167



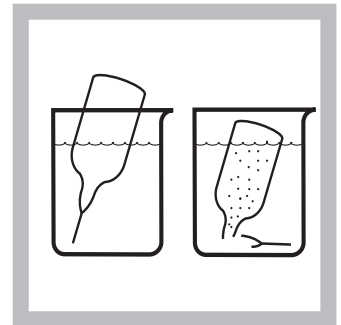
1. Selecionar a análise.



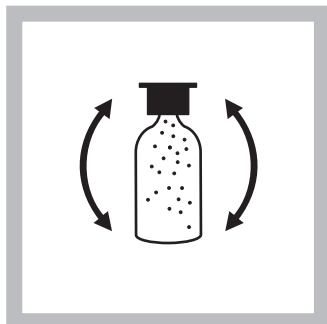
2. Inserir o adaptador C.



3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra redonda com 10-mL da amostra.



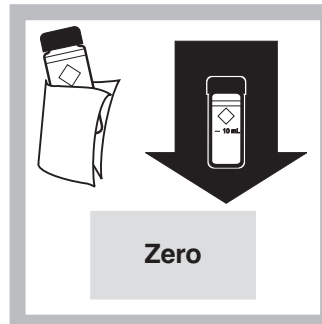
4. **Amostra preparada:** Encher uma ampola AccuVac de reagente DPD de cloro total com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



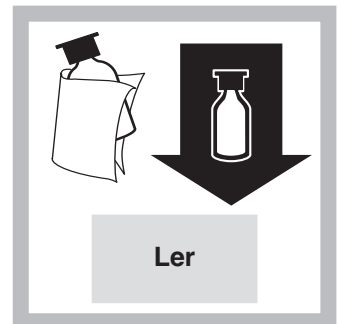
5. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar. Limpar qualquer vestígio de líquido ou impressões digitais.



6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 3 minutos se iniciará. Executar as etapas **7** e **8** durante este período.



7. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de células de amostra. Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá: 0.00 mg/L Cl₂



8. Dentro de 3 minutos após adicionar a amostra, limpar a ampola de AccuVac e inseri-la no suporte de célula de amostra. Pressionar **LER**. Os resultados são dados em mg/L Cl₂.

Interferências**Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis**

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Acidez	Maior que 150 mg/L de CaCO ₃ . Pode não desenvolver uma coloração completa ou a cor pode desaparecer instantaneamente. Neutralizar ao pH 6–7 com hidróxido de sódio 1 N ¹ . Determinar a quantidade a ser adicionada na alíquota de amostra separada, depois adicionar a mesma quantidade à amostra sendo testada. Corrigir para adição de volume.
Alcalinidade	Maior que 300 mg/L de CaCO ₃ . Pode não desenvolver uma coloração completa ou a cor pode desaparecer instantaneamente. Neutralizar ao pH 6–7 com ácido sulfúrico 1 N ¹ . Determinar a quantidade a ser adicionada na alíquota de amostra separada, depois adicionar a mesma quantidade à amostra sendo testada. Corrigir para adição de volume.
Bromo, Br ₂	Interfere em todos os níveis.
Dióxido de cloro	Interfere em todos os níveis.
Cloraminas, orgânica	Pode interferir
Dureza	Sem efeito se inferior a 1000 mg/L como CaCO ₃
Iodo, I ₂	Interfere em todos os níveis.
Manganês, oxidado (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) ou Cromo, oxidado (Cr ⁶⁺)	Ajustar pH da amostra para pH 6–7. Adicionar 3 gotas de iodeto de potássio ¹ (30 g/L) a 25-mL da amostra. Misturar e esperar um minuto. Adicionar 3 gotas de arseniato sódico ^{1, 2} (5 g/L) e misturar. Analisar 10 mL da amostra tratada conforme descrito no procedimento. Subtrair o resultado deste teste da análise original, para obter a concentração correta de cloro.
Ozônio	Interfere em todos os níveis.
Peróxidos	Pode interferir
pH extremo de amostra ou amostras altamente tamponadas	Ajustar para o pH 6–7 usando ácido (ácido sulfúrico ¹ , 1.000 N) ou base (hidróxido de sódio ¹ , 1.00 N).

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

² As amostras tratadas com arseniato sódico quanto às interferências por manganês ou cromo serão tratadas como resíduos perigosos, conforme classificado pelo Federal RCRA para arsênio (D004). Consultar a ficha de dados de segurança de materiais (MSDS) atual para mais informações sobre a disposição destes materiais.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Analisar as amostras de cloro logo após a coleta. O cloro é um agente oxidante forte e é instável em águas naturais. Ele reage rapidamente com vários compostos inorgânicos e mais lentamente, oxida compostos orgânicos. Diversos fatores, incluindo concentrações de reagentes, luz solar, pH, temperatura e salinidade influenciam na decomposição do cloro em água.

Evitar recipientes plásticos, visto que estes podem ter uma grande demanda de cloro. Pré-tratar os recipientes de amostra de vidro para remover qualquer demanda de cloro, lavando em uma solução alvejante diluída (1 mL de alvejante comercial para 1 litro de água deionizada) por no mínimo 1 hora. Lavar abundantemente com água deionizada ou destilada. Se depois do uso, os recipientes de amostra são cuidadosamente lavados com água deionizada ou destilada, o tratamento prévio dos mesmos será necessário apenas ocasionalmente.

Não usar as mesmas células de amostra para o cloro livre e total. A monocloramina interferirá se restos de iodeto do reagente de cloro total contaminar as amostras de cloro livre. É recomendável usar células separadas reservadas para a determinação do cloro livre e do cloro total.

Um erro comum ao testar o cloro é não obter uma amostra representativa. Se a amostra é coletada do registro, permita que a água corra por ao menos 5 minutos, para garantir uma amostra representativa. Deixar o recipiente transbordar com a amostra inúmeras vezes, tampar os recipientes de amostra, para que não haja espaço (ar) acima da amostra. Se a amostragem for realizada com uma célula de amostra, lave a célula diversas vezes com a amostra, depois encha cuidadosamente até a marca de 10-mL. Realizar a análise de cloro imediatamente.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um teclado é exibido. Introduzir a concentração média de cloro mostrada no certificado que acompanha as ampolas de cloro Voluette. Pressionar **OK**.
3. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo de uma ampola padrão de cloro LR Voluette, 25–30 mg/L Cl₂.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores* com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.

***Nota:** Para ampolas AccuVac, encher três cilindros misturadores com 50 mL da amostra e contaminar com 0.4 mL, 0.8 mL e 1.2 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros misturadores para três béqueres de 50 mL*. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Resumo do método

O cloro pode estar presente na água na forma de cloro livre e cloro combinado. Ambas as formas podem existir na mesma água e podem ser determinadas juntas como o cloro total. O cloro livre está presente na forma de ácido hipocloroso ou íon hipoclorito. O cloro combinado existe na forma de monocloramina, dicloramina, tricloreto de nitrogênio e outros derivados do cloro. O cloro combinado oxida o iodeto no reagente em iodo. O iodo e o cloro livre reagem com o (N,N-dietil-p-fenilenediamina) para formar uma cor vermelha, que é proporcional à concentração de cloro total. Para determinar a concentração de cloro combinado, executar um teste de cloro livre. Subtrair os resultados do teste de cloro livre do teste de cloro total para obter a concentração de cloro combinado. Os resultados do teste são medidos a 530 nm.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Cloro, Total (0.02 a 2.00 mg/L)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de cloro total DPD em pó, 10-mL Ou	1	100/pc.	21056-69
Ampola AccuVac de reagente de cloro total DPD	1	25/pc.	25030-25
Água deionizada	variável	4 L	272-56

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10 mL, redonda com tampa	1	cada	21228-00

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução de cloro padrão, ampola 2-mL Voluette, 25–30 mg/L	20/pc.	26300-20

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Béqueres, 50-mL	—	500-41H
Água livre de demanda de cloro	—	26415-49
Cilindro, misturador	25 mL	20886-40
Cilindro, misturador	50 mL	1896-41
Iodeto de potássio (30 g/L)	10 mL	343-32
Arsenito de sódio (5 g/L)	10 mL	1047-32
Hidróxido de sódio, 1 N	10 mL	1045-32
Ácido sulfúrico, 1 N	10 mL	1270-32
Dispensador SwifTest para cloro total	—	28024-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

★ Método 8506 e Método 8026

Método do Bicinconinato¹

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

(0.04 a 5.00 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água, águas residuais e água do mar²; Método 8506 aprovado USEPA para análise de águas residuais (requer digestão)³

¹ Adaptado de Nakano, S., *Yakugaku Zasshi*, 82 486-491 (1962) [*Chemical Abstracts*, 58 3390e (1963)]

² Pré-tratamento necessário; consulte *Interferências (usando reagentes em pó)*

³ *Registro Federal*, 45 (105) 36166 (29 de maio de 1980)



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

A determinação do cobre total requer a prévia digestão.

Ajustar o pH das amostras preservadas ácidas em 4–6 com KOH 8 N antes de realizar a análise.

Para resultados mais precisos, determinar um valor de branco do reagente para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor de branco do reagente dos resultados finais ou realizar um ajuste de branco do reagente. Para mais informação, consulte o manual do usuário.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacote de reagente de cobre CuVer 1 em pó	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL (teste com reagente em pó)	2
Teste AccuVac:	
Ampola AccuVac de reagente de cobre CuVer 2	1
Béquer, 50-mL (teste AccuVac)	1
Célula de amostra, 10-mL (teste AccuVac)	1

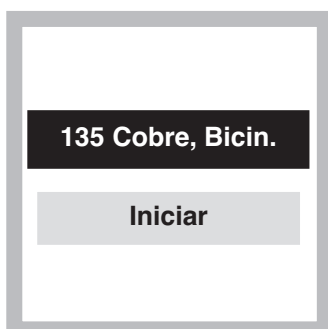
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

Nota: Na presença de cobre, a amostra apresentará uma coloração púrpura quando misturada com o reagente em pó.

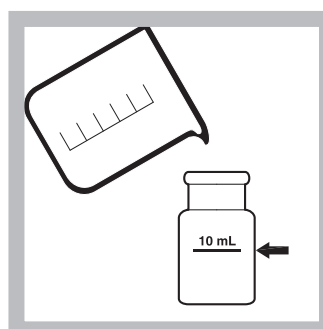
Nota: A precisão não é afetada pelo pó não-dissolvido.



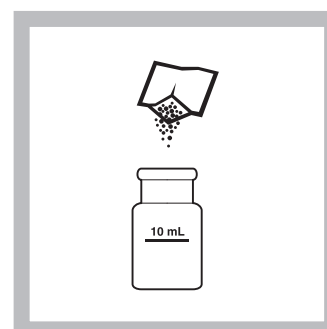
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



2. Seleccionar a análise.

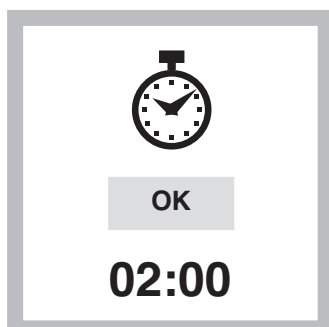


3. **Amostra preparada:** Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

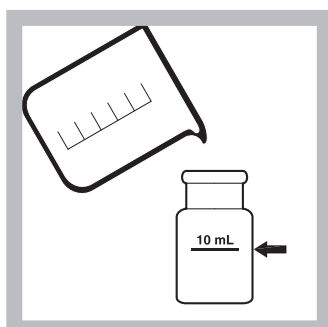


4. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de cobre em pó CuVer 1 à célula de amostra (a amostra preparada). Girar a célula de amostra para misturar.

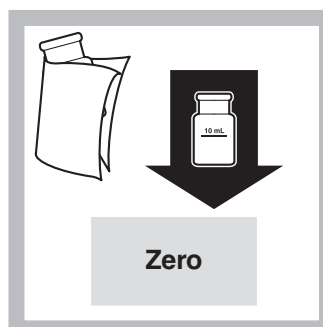
Usar um pacote de reagente de cobre em pó CuVer 2 para amostras com altos níveis de alumínio, ferro e dureza. Requer uma célula de amostra de 25-mL. Consulte [Tabela 1](#).



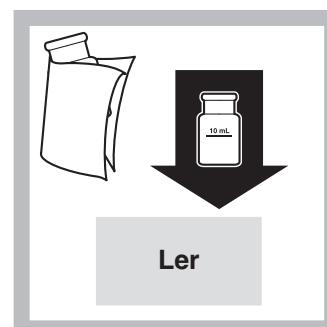
5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 2 minutos se iniciará.



6. **Preparação do branco:** Quando o temporizador expirar, encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



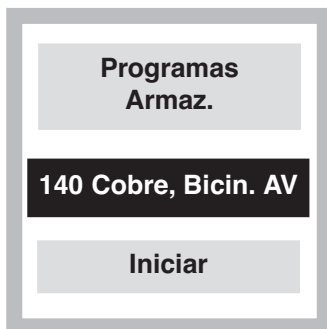
7. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá: 0.00 mg/L Cu



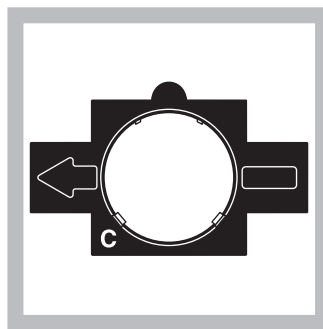
8. Dentro de 30 minutos após o temporizador expirar, limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **LER**. Os resultados são dados em mg/L Cu.

Ampolas AccuVac

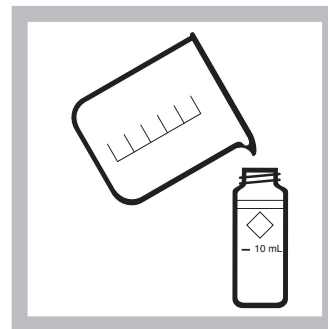
Método 8026



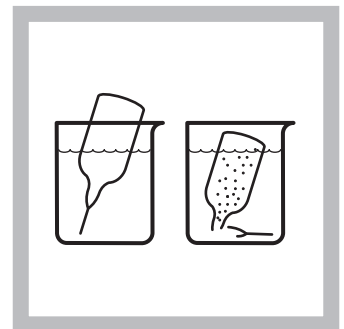
1. Selecionar a análise.



2. Inserir o adaptador C.

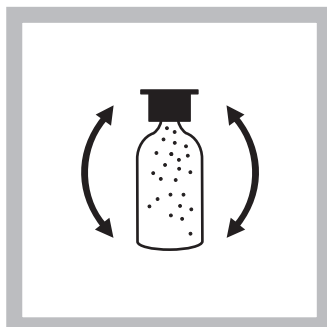


3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra redonda com 10-mL da amostra.

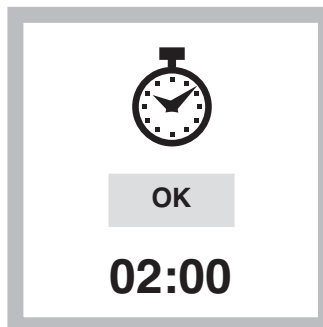


4. **Amostra preparada:** Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL.

Encher uma ampola AccuVac CuVer 2 com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.

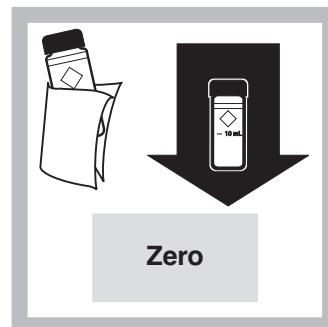


5. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar. Limpar qualquer vestígio de líquido ou impressões digitais com um pano macio ou papel toalha.



6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.

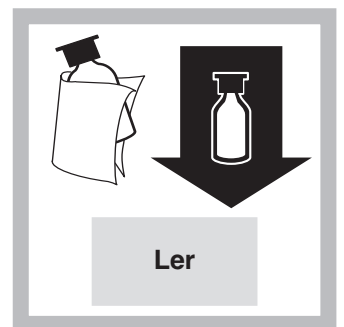


7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L Cu



8. Dentro de 30 minutos após o temporizador expirar, limpar a Ampola AccuVac e inseri-la no suporte de célula de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L Cu.

Interferências

Para diferenciar o cobre livre daquele que complexou para o EDTA e outros agentes complexantes, usar uma célula de amostra de 25 mL e um pacote de reagente de cobre livre em pó CuVer 1 na etapa 3. Resultados na etapa 8 serão apenas cobre livre. Adicionar um pacote de reagente em pó de hidrosulfito à mesma amostra e fazer nova leitura do resultado. Este resultado incluirá o cobre total dissolvido (livre e complexado). Diferente do reagente CuVer 1, o reagente em pó CuVer 2 e as ampolas AccuVac reagem diretamente com o cobre, que está complexado por quelantes como EDTA.

Tabela 1 Substâncias interferentes e tratamentos sugeridos para reagentes em pó

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Acidez	Um precipitado pode ser formado se a amostra for extremamente acida (pH 2 ou inferior). Adicionar gotas da solução padrão de hidróxido de potássio 8 N até que o pH esteja acima de 4. Prosseguir com a etapa 3.
Alumínio, Al ³⁺	Seguir o procedimento para o reagente em pó, porém substituir um pacote de reagente de cobre em pó CuVer 2 pelo reagente CuVer 1 utilizado na etapa 4. Os resultados obtidos incluirão o cobre total dissolvido (livre e complexado). Requer um volume de amostra de 25-mL.
Cianeto, CN ⁻	Impede o total desenvolvimento de cor. Antes de adicionar o reagente em pó CuVer 1, adicionar 0.2 mL do formaldeído em 10-mL da amostra. Aguardar 4 minutos antes de realizar a leitura. Multiplicar os resultados do teste por 1.02 para corrigir a diluição da amostra pelo formaldeído.
Dureza	Seguir o procedimento para o reagente em pó, porém substituir um pacote de reagente de cobre em pó CuVer 2 pelo reagente CuVer 1 utilizado na etapa 4. Os resultados obtidos incluirão o cobre total dissolvido (livre e complexado). Requer um volume de amostra de 25-mL.
Ferro, Fe ³⁺	Seguir o procedimento para o reagente em pó, porém substituir um pacote de reagente de cobre em pó CuVer 2 pelo reagente CuVer 1 utilizado na etapa 4. Os resultados obtidos incluirão o cobre total dissolvido (livre e complexado). Requer um volume de amostra de 25-mL.
Prata, Ag ⁺	A interferência de prata é provável na permanência da turvação e posterior modificação para a cor preta. Adicionar 10 gotas da Solução de Cloreto de Potássio saturado a 75 mL da amostra, seguido por filtragem em um filtro fino ou de alta retenção. Usar a amostra filtrada no procedimento.

Tabela 2 Substâncias interferentes e tratamentos sugeridos para ampolas AccuVac

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Acidez	Um precipitado pode ser formado se a amostra for extremamente acida (pH 2 ou inferior). Adicionar gotas da solução padrão de hidróxido de potássio 8 N até que o pH esteja acima de 4. Prosseguir com a etapa 3.
Alumínio, Al ³⁺	Reagentes comportam altos níveis.
Cianeto, CN ⁻	Impede o total desenvolvimento de cor. Adicionar 0.5 mL de formaldeído para cada 25 mL da amostra antes de usar a ampola de reagente AccuVac CuVer 2. Aguardar 4 minutos antes de realizar a leitura. Multiplicar os resultados do teste por 1.02 para corrigir a diluição da amostra pelo formaldeído.
Dureza	Reagentes comportam altos níveis.
Ferro, Fe ³⁺	Reagentes comportam altos níveis.
Prata, Ag ⁺	A interferência de prata é provável na permanência da turvação e posterior modificação para a cor preta. Adicionar 10 gotas da Solução de Cloreto de Potássio saturado a 75 mL da amostra, seguido por filtragem em um filtro fino ou de alta retenção. Usar a amostra filtrada no procedimento.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico com lavagem ácida. Ajustar o pH para 2 ou menos com ácido nítrico concentrado (cerca de 2 mL por litro). Armazenar as amostras por no máximo seis meses sob temperatura ambiente. Antes da análise, ajustar o pH para 4–6 com hidróxido de potássio 8 N. Não exceder o valor de pH 6, pois o cobre poderá precipitar. Corrigir o resultado do teste para adições de volume. Para a determinação apenas do cobre dissolvido, filtrar a amostra antes da adição de ácido.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de cobre Voluette, 12.5 mg/L Cu.
5. Preparar uma amostra contaminada de 0.1 mL adicionando 0.1 mL do padrão à amostra não-contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
6. Preparar uma amostra contaminada de 0.2 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.1 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
7. Preparar uma amostra contaminada de 0.3 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.2 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.

***Nota:** Para as ampolas AccuVac, encher os três cilindros misturadores com 50-mL da amostra e contaminar com 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL do padrão da ampola de cobre Voluette, 75-mg/L Cu. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros para três béqueres de 50-mL. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

8. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Cobre (0.04 a 5.00 mg/L)

Método de soluções padrão

Preparar uma solução padrão de 4.00-mg/L da seguinte forma:

1. Usando um recipiente de vidro de Classe A, pipetar 4.00 mL de solução padrão de cobre, 100 mg/L como Cu, em um frasco volumétrico de 100 mL. Diluir o volume com água deionizada, tampar e inverter para misturar. Executar o procedimento conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES.**
3. Pressionar **LIG.** Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração substituta, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK.** Pressionar **AJUSTAR.**

Resumo do método

O cobre na amostra reage com o sal do ácido bicinconínico contido no reagente de cobre CuVer 1 ou CuVer 2 para formar um complexo de coloração púrpura em proporção à concentração de cobre. Os resultados do teste são medidos a 560 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de cobre CuVer 1 em pó	1	100/pc.	21058-69
Ou			
Ampolas AccuVac de reagente de cobre CuVer 2	1	25/pc.	25040-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10-mL, com tampa	1	cada	21228-00

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de cobre, 100-mg/L como Cu	100 mL	128-42
Padrão da ampola de cobre Voluette, 12.5 mg/L como Cu	16/pc.	21126-10
Padrão da ampola de cobre Voluette, 75 mg/L como Cu, 2-mL	10/pc.	14247-10
Padrão de metais em água potável, LR para Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Padrão de metais em água potável, HR para Cu, Fe, Mn	500 mL/L	28336-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Béqueres, 50-mL	500-41H
Pacotes de reagente de cobre CuVer 2 em pó	21882-99
Cilindros, misturadores	1896-41
Formaldeído	2059-32
Ácido nítrico, concentrado	152-49
Solução de cloreto de potássio	765-42
Solução padrão de hidróxido de potássio, 8 N	282-32H
Conjunto de reagente para cobre livre e total, inclui:	24392-00
Pacotes de reagente de hidrosulfito em pó	21188-69
Pacotes de reagente de cobre livre em pó	21823-69
Células de amostra, 25 mL, com tampões, 2/pc.	26126-02



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Cor, Real e Aparente

Método 8025

Método Padrão de Platina-Cobalto^{1, 2}
(15 a 500 unidades)

Escopo e Aplicação: Para água, águas residuais e água do mar; equivalente ao método NCASI 253 para resíduos de fabricação da celulose usando 465 nm (requer ajuste de pH)

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater and NCASI, Boletim Técnico No. 253, Dez. 1971*

² Adaptado do *Wat. Res. Vol. 30, No. 11, pp. 2771–2775, 1996*



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

O procedimento NCASI requer o ajuste do pH. Ajustar o pH para 7.6 com 1.0 N HCl ou 1.0 N NaOH. Ao ajustar o pH, se a alteração geral no volume for superior a 1%, reiniciar e usar um ácido ou base mais forte. Usar o Programa 125 ao executar o procedimento NCASI.

Para testar quanto à **cor aparente**, ignorar as etapas 3 a 6 e etapa 8. Utilizar água deionizada na etapa 7 e amostra não-filtrada na etapa 9.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Solução de ácido clorídrico, 1.0 N (Programa 125)	variável
Hidróxido de sódio, 1.00 N (Programa 125)	variável
Água, deionizada	50 mL
Aparelho de filtro: filtro de membrana, suporte para filtro, frasco para filtro e aspirador	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2
Tampão, borracha, um orifício, Nº. 7	1
Tubagens, borracha	1

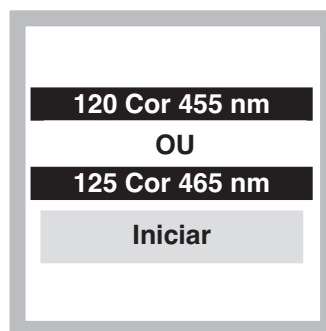
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Platina-Cobalto

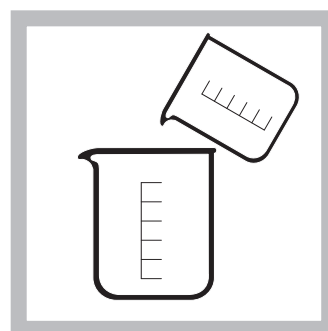
Método 8025



1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**

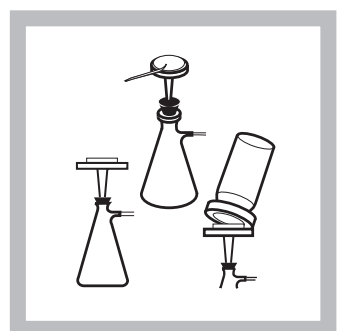


2. Selecionar a análise.



3. Coletar ao menos 200 mL da amostra em um béquer de 400-mL.

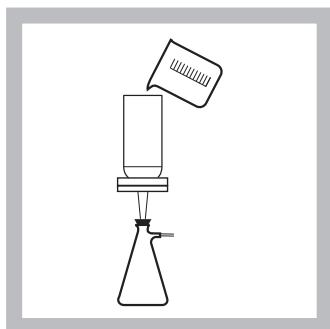
NCASI: Ajustar o pH conforme descrito em [Preparação do Teste](#).



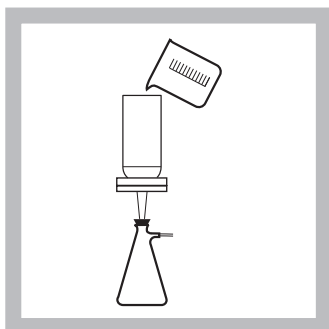
4. Montar o aparelho de filtro (filtro com membrana de 0.45 microns, suporte para filtro, frasco para filtro e aspirador).

NCASI: Teste prescreve um filtro de 0.8 microns.

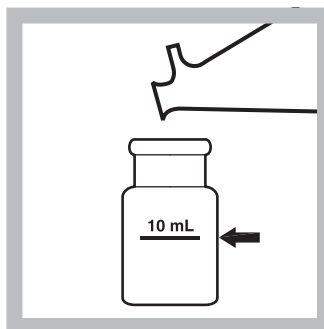
Cor, Real e Aparente (15 a 500 unidades)



5. Lavar o filtro adicionando cerca de 50 mL de água deionizada pelo filtro. Descartar a água de lavagem.

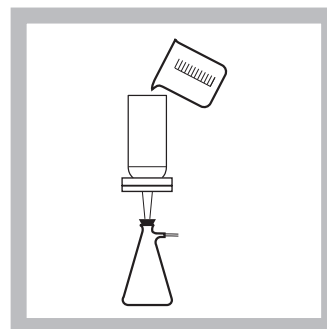


6. Adicionar outros 50 mL de água deionizada no filtro.

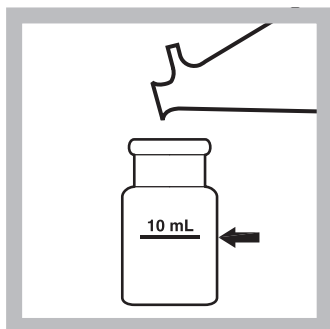


7. Preparação de branco:
Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL de água deionizada filtrada obtida na etapa 6.

Descartar o excesso de água no frasco.



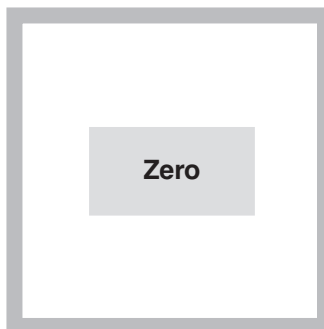
8. Adicionar cerca de 50 mL da amostra pelo filtro.



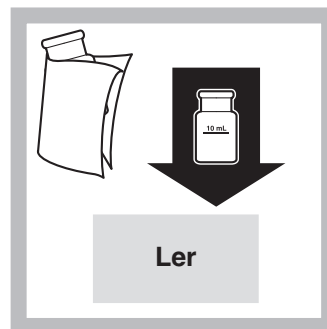
9. Amostra preparada:
Encher uma célula de amostra com 10 mL da amostra filtrada.



10. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



11. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0 unidades PtCo



12. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L PtCo.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Para obter resultados mais confiáveis, analisar as amostras imediatamente após a coleta. Se a pronta análise for impossível, encher as garrafas imediatamente e tampar hermeticamente. Evitar agitação excessiva ou contato prolongado com o ar. As amostras podem ser armazenadas em até 24 horas pelo resfriamento a 4 °C (39 °F). Aquecer as amostras a temperatura ambiente antes de realizar a análise.

Comprovação de precisão

Método de solução padrão

Preparar um padrão com 250 unidades de platina-cobalto da seguinte forma:

1. Usando recipientes de vidro Classe A, pipetar 50.00 mL de uma Solução Padrão de 500 Unidades de Platina-Cobalto em um frasco volumétrico de 100-mL. Diluir até a marca de 100 mL com água deionizada.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 250 unidades de platina-cobalto, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende das unidades selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

A cor pode ser expressa como cor "aparente" ou "real". A cor aparente inclui aquela dos materiais dissolvidos mais aquela da matéria suspensa. Por meio da filtração ou centrifugação dos materiais suspensos, a cor real pode ser determinada. O procedimento descreve a análise de cor real. Se a cor aparente for desejável, ela pode ser determinada pela mensuração de uma amostra de água não-filtrada. O programa armazenado é usado para ambas as formas de cores.

O programa armazenado é calibrado em unidades de cor com base no padrão recomendado APHA de 1 unidade de cor, que consistem em 1 mg/L de platina na forma de íon cloroplatinado. Os resultados de teste para os Programas 120 e 125 são medidos em 455 e 465 nm, respectivamente.

Cor, Real e Aparente (15 a 500 unidades)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Solução de ácido clorídrico, 1.0 N	variável	1 L	23213-53
Hidróxido de sódio, 1.00 N	variável	900 mL	1045-53
Água, deionizada	50 mL	4 L	272-56

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Aspirador, bomba à vácuo Nalgene	1	cada	2131-00
Filtro, membrana, 47-mm, 0.8 micra	1	100/pc.	26408-00
Filtro, membrana, 47-mm, 0.45 micra	1	100/pc.	13530-00
Frasco, filtragem, 500-mL	1	cada	546-49
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02
Tampão, borracha, um orifício, Nº 7	1	6/pc.	2119-07
Tubagens, borracha	1 pé (30.48 cm)	12 pés (365.76 cm)	560-19

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução Padrão de Cor, 500 unidades de platina-cobalto	1 L	1414-53
Solução Padrão de Cor, 15 unidades de platina-cobalto	1 L	26028-53
Solução Padrão de Cor, 500 unidades de platina-cobalto, ampolas de 10 mL Voluette	16/pc.	1414-10
Frasco, volumétrico, Classe A, 100 mL	cada	14574-42
Pipeta, volumétrica, Classe A, 50.00 mL	cada	14515-41
Carga de pipeta, bulbo de segurança	cada	14651-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Cromo, Hexavalente

★ Método 8023

Método 1,5-Difenilcarbohidrazida¹
(0.010 a 0.700 mg/L Cr⁶⁺)

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais;
aceito pela USEPA para análise de águas residuais²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² O procedimento é equivalente ao método 1-1230-85 USB para águas residuais.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor de branco do reagente para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra.

Os altos níveis de cromo são indicados pela formação de um precipitado. Diluição da amostra pode ser necessária.

As amostras finais são altamente acídicas. Neutralizar ao pH 6–9 com solução padrão de hidróxido de sódio e consultar as fichas de dados de segurança de material do reagente para informações sobre disposição.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacotes de reagente de cromo em pó ChromaVer 3	1
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL	2
Teste AccuVac:	
Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50 mL	40 mL
Ampolas AccuVac ChromaVer 3	1
Béquer, 50-mL (teste AccuVac)	1
Célula de amostra, 10-mL, redonda, com tampa	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 5.

Pacotes de reagente em pó

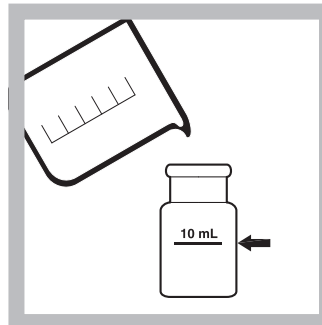
Método 8023



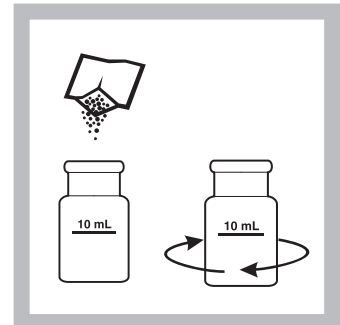
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



2. Selecionar a análise.



3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



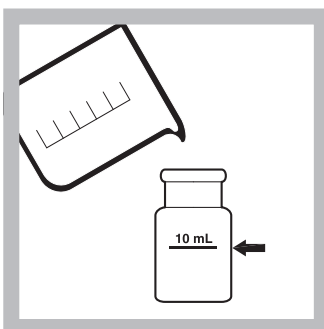
4. **Amostra preparada:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente ChromaVer 3 à célula de amostra. Gire para misturar.

Na presença de cromo hexavalente, uma cor roxa se forma.

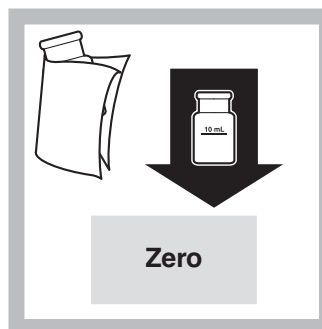


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 5 minutos se iniciará.

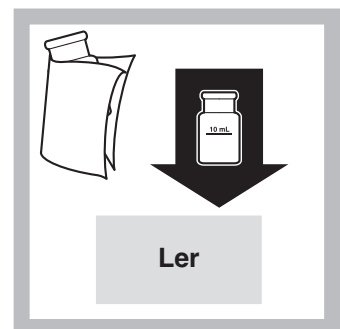


6. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.000 mg/L Cr⁶⁺



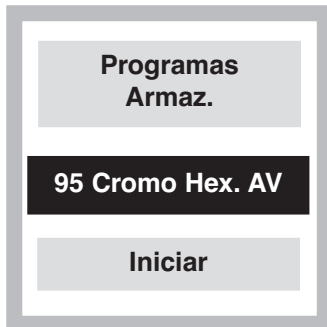
8. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

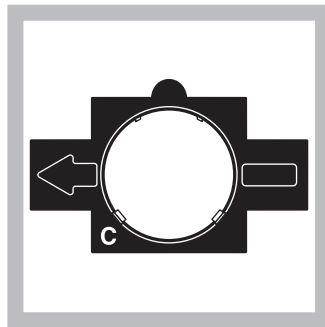
Os resultados são dados em mg/L Cr⁶⁺.

Ampola AccuVac

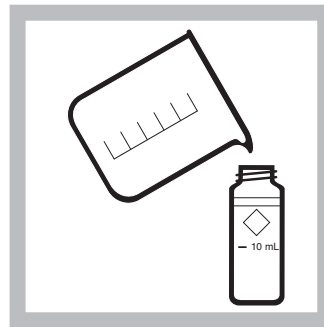
Método 8023



1. Selecionar a análise.



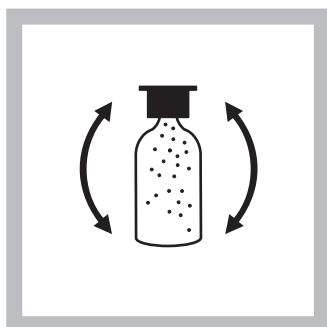
2. Inserir o adaptador C.



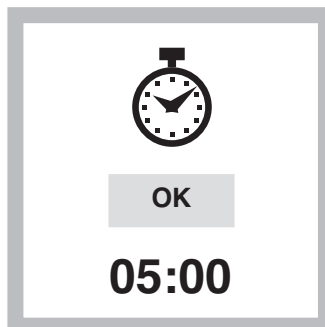
3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra redonda com 10-mL da amostra.



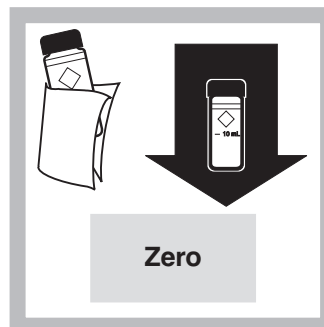
4. **Amostra preparada:** Encher uma ampola AccuVac de reagente ChromaVer 3 com a amostra do béquer. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



5. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar. Limpar qualquer vestígio de líquido ou impressões digitais.

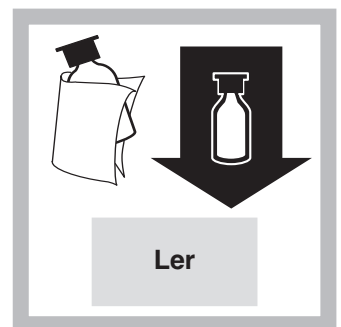


6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 5 minutos se iniciará.



7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra.

Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.000 mg/L Cr⁶⁺



8. Limpar a Ampola AccuVac e inseri-la no suporte de célula de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L Cr⁶⁺.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Ferro	Pode interferir acima de 1 mg/L
Íons mercuriosos e mercúricos	Leve interferência
pH	Amostras altamente tamponadas ou pH extremo de amostra pode exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e exigir o pré-tratamento da amostra.
Vanádio	Pode interferir se acima de 1 mg/L. Aguardar 10 minutos pelo período de reação antes de tomar a leitura.
Turvação	Para amostras turvas, tratar o branco com o conteúdo de um pacote de reagente em pó ácido ¹ . Assim garantirá que qualquer opacidade dissolvida pelo ácido no reagente de cromo ChromaVer 3 também será dissolvida no branco..

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em um recipiente de vidro ou plástico limpos. Armazenar a 4 °C (39 °F) em até 24 horas. As amostras devem ser analisadas dentro de 24 horas.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra, ou ampola AccuVac (amostra não-contaminada) no instrumento. Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de cromo Voluette, 12.5 mg/L Cr⁶⁺.
5. Para análise usando os pacotes de reagente em pó, usar a pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada uma das três amostras de 25 mL e misturar vigorosamente. Transferir 10 mL de cada solução em uma célula de amostra de 10-mL e analisar conforme descrito acima.

Nota: Para ampolas AccuVac, encher três cilindros* misturadores com 50 mL da amostra e contaminar com 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros misturadores para três béqueres de 50 mL. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima.

6. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

*Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Método de solução padrão

Preparar uma solução padrão de 0.50 mg/L de Cr⁶⁺ diariamente da seguinte forma:

1. Usando uma pipeta de 5.00 mL, transferir a solução padrão de cromo hexavalente, 50 mg/L, em um frasco volumétrico Classe A de 500-mL.
2. Executar o procedimento para cromo hexavalente conforme descrito acima.
3. Diluir até a marca com água deionizada. Executar o procedimento de teste conforme descrito acima.
4. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
5. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

O cromo hexavalente é determinado pelo método 1,5-Difenilcarbohidrazida usando uma única fórmula de pó seco chamada Reagente de Cromo ChromaVer 3. Este reagente contém um tampão ácido combinado com 1,5-Difenilcarbohidrazida, que reage pra resultar na coloração púrpura na presença de cromo hexavalente. Os resultados do teste foram medidos a 540 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de cromo em pó ChromaVer 3	1	100/pc.	12710-99
Ou			
Ampolas AccuVac ChromaVer 3	1	25/pc.	25050-25
Água deionizada	variável	4 L	272-56

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10 mL, com tampa	1	cada	21228-00

Cromo, Hexavalente (0.010 a 0.700 mg/L Cr⁶⁺)

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Cromo, solução padrão hexavalente, ampolas de 10-mL Voluette, 12.5-mg/L Cr ⁶⁺	16/pc.	14256-10
Cromo, solução padrão hexavalente, Cromo, Solução padrão, 50.0 mg/L Cr ⁶⁺	100 mL	810-42H

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Pacote de reagente ácido em pó	2126-99
Frasco, volumétrico, Classe A, 500 mL	14574-49
Pipeta, 5.00 mL	14515-37
Solução padrão de hidróxido de sódio	2450-26



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Cromo, Total

Método 8024

Método de Oxidação de Hipobromito Alcalino^{1, 2}

Pacotes de reagente em pó

(0.01 a 0.70 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² Este procedimento é equivalente ao Método Padrão 3500-CRD para águas residuais.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor de branco do reagente para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor de branco do reagente dos resultados finais ou realizar um ajuste de branco do reagente.

Preparar um banho em água fervente para a etapa 5. Usar protetores de dedo para lidar com células de amostra quentes.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Pacotes de reagente ácido em pó	1
Pacotes de reagente de cromo ChromaVer 3 em pó	1
Pacotes de reagente de cromo 1 em pó	1
Pacotes de reagente de cromo 2 em pó	1
Placa quente	1
Banho de imersão e estante	1
Protetores de dedos	variável
Células de amostra, 1 polegada quadrada	2
Célula de amostra, 1 polegada redonda, 10–20–25 mL, com tampa	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontra-se na página 5.

Pacotes de reagente em pó

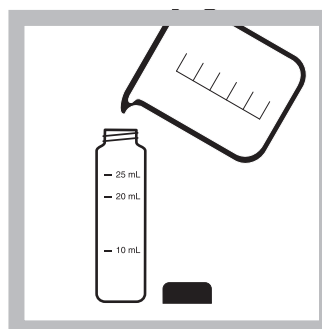
Método 8024



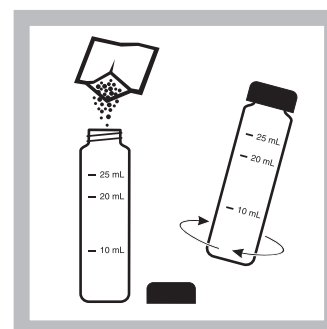
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



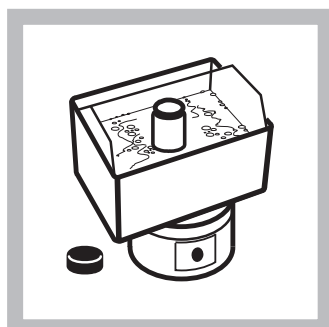
2. Selecionar a análise.



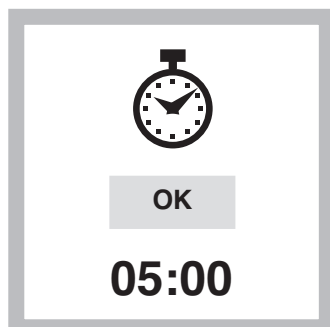
3. Encher uma célula de amostra de 25-mL com 25-mL da amostra.



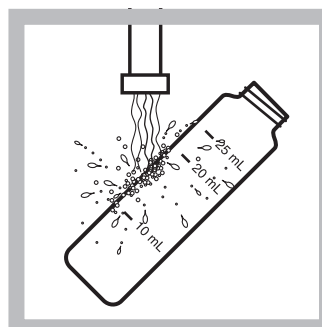
4. **Amostra preparada:** Adicionar o conteúdo de um pacote de pó reagente em pó de cromo 1. Gire para misturar.



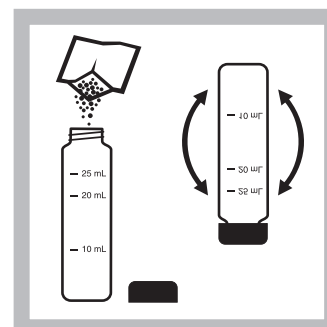
5. Inserir a amostra preparada no banho de imersão em água fervente.



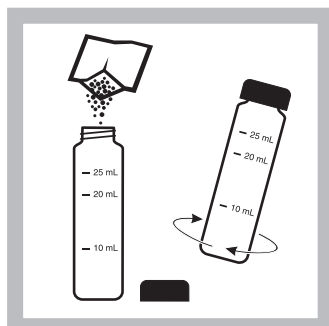
6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 5 minutos se iniciará.



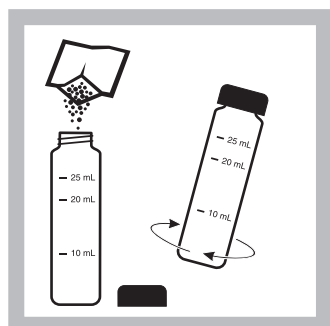
7. Quando o temporizador soar, remover a amostra preparada. Usar água corrente, esfriar a célula a 25 °C.



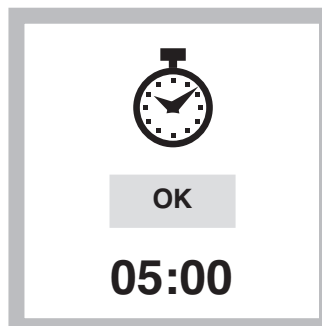
8. Remover a tampa e adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de cromo 2. Tampar e inverter a mistura.



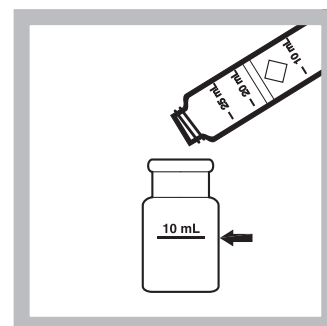
9. Adicionar o conteúdo de um pacote reagente ácido em pó. Gire para misturar.



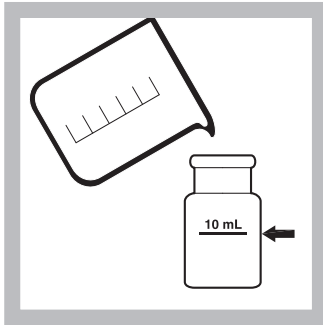
10. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de cromo ChromaVer 3. Gire para misturar.



11. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 5 minutos se iniciará.



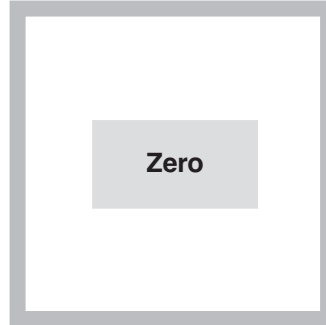
12. Enquanto a amostra reage, colocar 10 mL de um frasco de mistura em uma célula de amostra quadrada.



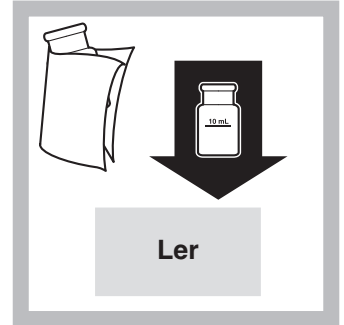
13. Preparação do branco: Quando o temporizador expirar, encher outra célula de amostra com 10 mL de amostra.



14. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



15. Pressionar ZERO.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L Cr



16. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L Cr.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Amostras altamente tamponadas ou pH extremo de amostra	Pode exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e requer o pré-tratamento da amostra.
Material orgânico	Pode inibir a completa oxidação do cromo trivalente. Na presença de altos níveis de matéria orgânica, a digestão pode ser necessária. Realizar a análise conforme descrito neste procedimento na amostra digerida.
Turvação	Para amostras turvas, tratar o branco de 25 mL e a amostra simultaneamente nas etapas 3-9.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico com lavagem ácida. Para preservar as amostras, ajusta o pH em até 2 com ácido nítrico. Isso exige aproximadamente 2 mL por litro de ácido. Armazenar as amostras preservadas por até seis meses sob temperatura ambiente. Ajustar o pH em aproximadamente 4 com hidróxido de sódio 5.0 N antes da análise. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois

Cromo, Total (0.01 a 0.70 mg/L)

de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informações, consulte o manual do usuário.

4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de cromo trivalente Voluette, 12.5 mg/L Cr³⁺.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 25 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

Preparar uma solução padrão de cromo trivalente 0.50-mg/L da seguinte forma:

1. Diluir 5.00 mL de solução padrão de cromo trivalente, 50-mg/L como Cr³⁺, em 500 mL com água deionizada. Preparar esta solução diariamente.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

O cromo trivalente na amostra está oxidado na forma hexavalente pelo íon de hipobromito sob condições alcalinas. A amostra está acidificada. O teor total de cromo é determinado pelo método 1,5-Difenilcarbohidrazida. Determinar o cromo trivalente, subtraindo os resultados de um teste de cromo hexavalente individual dos resultados de um teste de cromo total. Os resultados dos testes são medidos em 540 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de cromo total (100 testes), inclui:	—	—	22425-00
Pacotes de reagente ácido em pó	1	100/pc.	2126-99
Pacotes de reagente de cromo em pó ChromaVer 3	1	100/pc.	12066-99
Pacotes de reagente de cromo 1 em pó	1	100/pc.	2043-99
Pacotes de reagente de cromo 2 em pó	1	100/pc.	2044-99

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1 polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02
Célula de amostra, 10–20–25 mL, com tampa	1	cada	24019-06
Placa quente, 3 ¹ / ₂ -pol. diâmetro, 120 V, 50/60 Hz	1	cada	12067-01
Ou			
Placa quente, 4-pol. diâmetro, 240 V, 50/60 Hz	1	cada	12067-02
Banho de imersão e estante	1	cada	1955-55

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Cromo, trivalente, solução padrão, 50-mg/L Cr ³⁺	100 mL	14151-42
Cromo, trivalente, solução padrão, 12.5-mg/L Cr ³⁺ , ampola Voluette, 10 mL	16/pc.	14257-10

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Pacote de reagente ácido em pó	2126-99
Protetores de dedos	14647-02
Frasco, volumétrico, Classe A, 500-mL	14574-49
Pipeta, volumétrica, Classe A, 5.00 mL	14515-37



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Demanda de Oxigênio, Química

★ Método 8000

Método de digestão reator¹

(3 a 150, 20 a 1500 e 200 a 15,000 mg/L DQO)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar; a digestão é necessária; as faixas entre 3–150 mg/L e 20–1500 mg/L de DQO são aprovadas pela USEPA para a análise de águas residuais²; a faixa entre 200–15,000 mg/L DQO não são aprovadas pela USEPA.

¹ Jirka, A.M.; Carter, M.J., *Analytical Chemistry*, 1975, 47(8), 1397

² *Registro Federal*, 21 de abril de 1980, 45(78), 26811-26812



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Nota importante: Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2 antes de realizar este teste.

Algumas substâncias químicas e aparelhos utilizados neste procedimento podem ser prejudiciais à saúde e segurança do usuário, se inadequadamente manuseado ou utilizado indevidamente. Leia todas os avisos e fichas MSDS associadas.

Teste um branco de cada conjunto de amostras. Realize todos os testes (as amostras e o branco) com o mesmo lote de tubos. O número de lote aparece no rótulo do recipiente. Consulte [Branco para determinação colorimétrica na página 4](#).

O reagente respingado afetará a precisão do teste e é nocivo à pele e outros materiais. Em caso de respingos, providencie para lavar com água corrente.

Use a proteção ocular adequada e vestimentas adequadas para proteção do usuário. Ao entrar em contato com a pele, lave bem a área afetada com água abundante. Releia e siga as instruções cuidadosamente.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

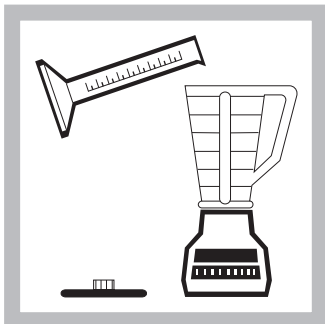
Béquer, 250-mL	1
Misturador	1
Tubos de reagente de digestão DQO	variável
Reator DRB200	1
Cortina contra luz	1
Agitador magnético e barra de agitação	1
Recipiente de transporte opaco para armazenamento de tubos de reagente não-utilizados, sensíveis à luz.	variável
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL, com ponteiros (para faixa de 200–15,000 mg/L)	1
Pipeta, volumétrica 2.00 mL	2
Carga de pipeta, bulbo de segurança	1
Estante de tubos de teste	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 7.

Nota: Para maior precisão, analisar ao menos três réplicas e a média dos resultados.

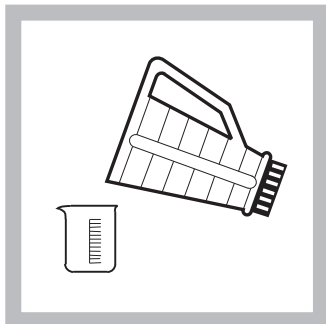
Procedimento de Digestão

Método 8000

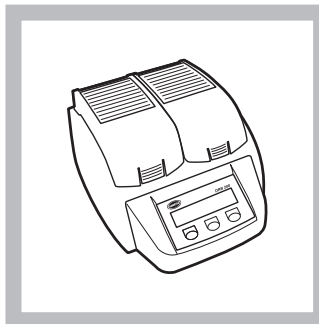


1. Homogeneizar 100 mL da amostra por 30 segundos em um liquidificador. Para amostras contendo grandes quantidades de sólidos, aumentar o tempo de homogeneização.

Se a amostra não contiver sólidos suspensos, omitir as etapas 1 e 2.

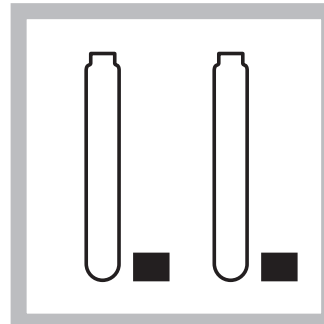


2. Para a faixa de 200–15,000 mg/L ou para obter melhor precisão e capacidade de reprodução de outras faixas, despejar a amostra homogeneizada em um béquer de 250 mL e misturar gentilmente com a placa de agitação magnética.

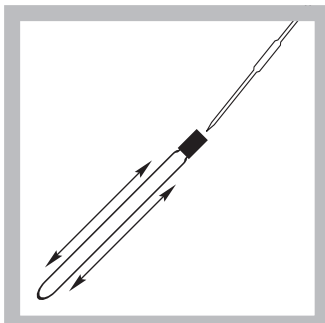


3. Ligar o Reator DRB200. Pré-aquecer a 150 °C.

Consultar o Manual do Usuário do DRB200 para selecionar as aplicações de temperatura pré-programada.

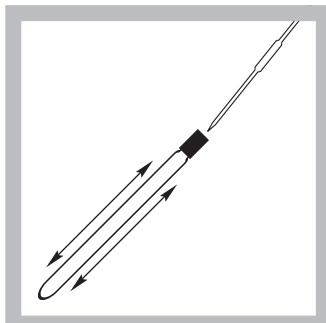


4. Remover as tampas dos dois tubos de reagente de digestão DQO. (Certificar-se de que usa os tubos para a faixa apropriada.)



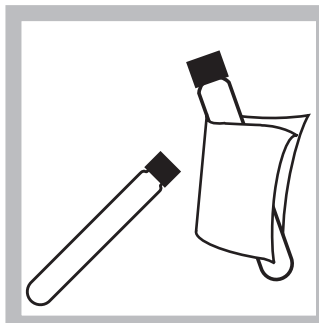
5. **Amostra preparada:** Segurar um tubo em ângulo de 45-graus. Usar uma pipeta volumétrica limpa para adicionar 2.00 mL da amostra no tubo.

Usar uma Pipeta TenSette para adicionar 0.20 mL para a faixa de 200–15,000 mg/L.

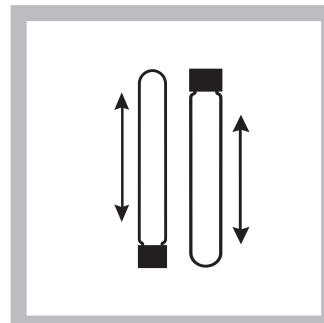


6. **Preparação do branco:** Segurar um segundo tubo em ângulo de 45-graus. Usar uma pipeta volumétrica limpa para adicionar 2.00 mL de água deionizada.

Usa uma Pipeta TenSette para adicionar 0.20 mL para a faixa de 200–15,000 mg/L.

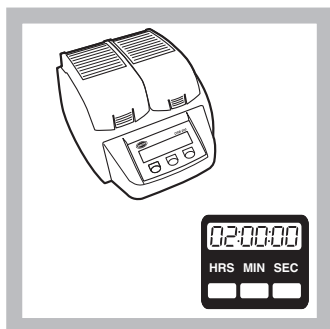


7. Tampas os tubos hermeticamente. Lavar bem com água e secar com papel-toalha limpo.

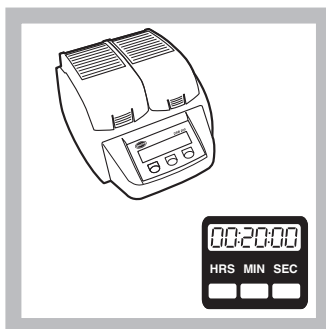


8. Segurar os tubos pela tampa sobre uma pia. Inverter suavemente várias vezes para misturar. Inserir os tubos no reator DRB200 pré-aquecido. Fechar a tampa protetora.

Os tubos de amostra aquecerão durante a mistura.

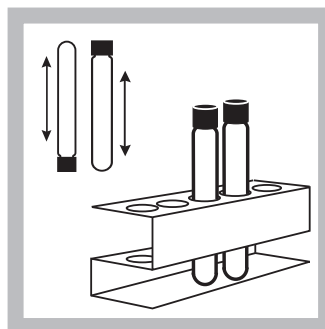


9. Aquecer os tubos por duas horas.



10. Desligar o reator.

Aguardar 20 minutos até que os tubos resfriem a 120 °C ou abaixo.



11. Inverter cada tubos diversas vezes enquanto ainda estiver quente. Colocar os tubos em uma estante e permitir que resfriem à temperatura ambiente.

Proceder com a etapa [Determinação Colorimétrica Método 8000](#)

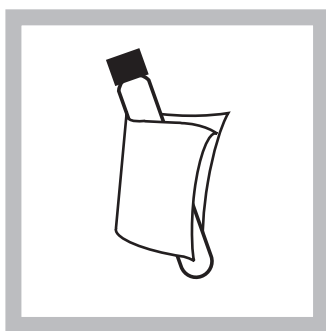
Determinação Colorimétrica

Método 8000

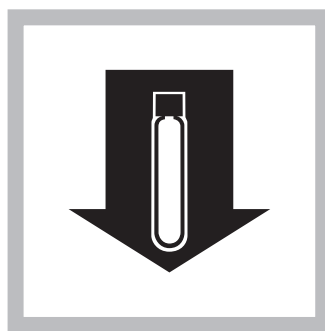


1. Selecionar um teste de faixa ultra-baixa, faixa baixa ou faixa alta.

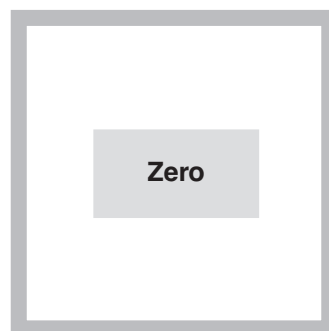
Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2.



2. Limpar a parte externa dos tubos com uma toalha umedecida, seguida por uma toalha seca.



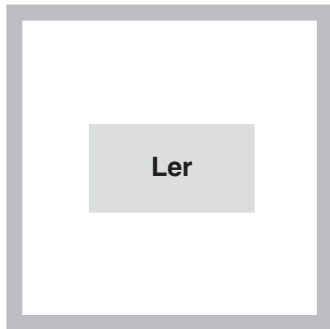
3. Inserir o branco em um suporte de células de 16-mm.



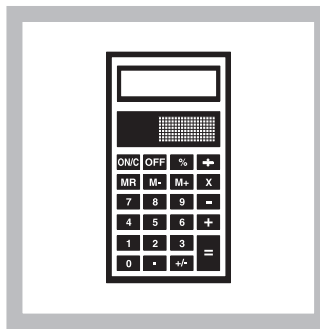
4. Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá: 0.0 mg/L DQO



5. Inserir o tubo da amostra em um suporte de células de amostra de 16-mm.



6. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L DQO.



7. Ao usar os tubos de reagente de digestão DQO Faixa Alta Plus, multiplicar o resultado por 10.

Para obter resultados mais precisos com amostras de cerca de 1500 a 15,000 mg/L de DQO, repetir a análise com uma amostra diluída.

Branco para determinação colorimétrica

O branco pode ser usado repetidamente para medições usando o mesmo lote de tubos. Armazenar em local escuro. Monitorar a decomposição pela mensuração de absorção na forma de onda apropriada (356, 420 ou 620 nm). Zerar o instrumento em modo de absorção, usando um tubo contendo 5 mL de água deionizada e medir a absorção do branco. Registrar o valor. Preparar um novo branco quando a absorção passar para cerca de 0.01 unidades de absorção.

Interferências

O cloreto é a interferência primária na determinação de concentração de DQO. Cada tubo de DQO contém sulfato mercúrico que eliminará a interferência do cloreto até o nível especificado na coluna 1 na [Tabela 1](#). Amostras com concentrações maiores de cloreto devem ser diluídas. Diluir a amostra suficientemente para reduzir a concentração de cloreto até o nível dado na coluna 3.

Se a diluição da amostra reduzir muito a concentração de DQO para uma determinação precisa, adicionar 0.50 g de sulfato mercúrico (HgSO_4) (No. Cat. 1915-20) em cada tubo de DQO antes de adicionar a amostra. O sulfato mercúrico adicional aumentará a concentração máxima de cloreto disponível ao nível dado na coluna 4 da [Tabela 1](#).

Tabela 1 Interferências e Níveis

Tipo de tubo usado	Concentração máxima de Cl^- na amostra (mg/L)	Concentração sugerida de Cl^- nas amostras diluídas (mg/L)	Concentração máxima de Cl^- na amostra quando 0.50 HgSO_4 é adicionado
Faixa ultra-baixa (0.7–40.0 mg/L)	2000	1000	N/A
Faixa Baixa (3–150 mg/L)	2000	1000	8000

Tabela 1 Interferências e Níveis

Tipo de tubo usado	Concentração máxima de Cl ⁻ na amostra (mg/L)	Concentração sugerida de Cl ⁻ nas amostras diluídas (mg/L)	Concentração máxima de Cl ⁻ na amostra quando 0.50 HgSO ₄ é adicionado
Faixa Alta (20–1500 mg/L)	2000	1000	4000
Faixa Alta Plus (200–15,000 mg/L)	20,000	10,000	40,000

Amostragem e Armazenamento

Coletar as amostras em garrafas de vidro. Usar garrafas plásticas somente se estas estiverem livres de contaminação orgânica. Testar biologicamente as amostras ativas assim que possível. Homogeneizar as amostras contendo sólidos para assegurar amostras representativas. As amostras tratadas com ácido sulfúrico* em um pH inferior a 2 (cerca de 2 mL por filtro), refrigerador a 4 °C, podem ser armazenadas por até 28 dias. Corrigir os resultados para adições de volume.

Comprovação de precisão

Método de solução padrão

1. Verificar a precisão da faixa de 0.7 a 40.0 mg/L com uma solução padrão de DQO a 30 mg/L. Usando um recipiente de vidro de classe A, preparar uma solução de 1000 mg/L, diluindo 850 mg a seco (120 °C, durante a noite) de ftalato ácido de potássio em 1000 mL de água deionizada livre de componentes orgânicos. Preparar uma diluição de 30 mg/L, diluindo 3.00 mL desta solução em um frasco volumétrico de 100.0 mL. Diluir até o volume indicado com água deionizada, tampar e inverter 10 vezes para misturar. Usar 2 mL como o volume de amostra. O resultado deve ser 30 mg/L DQO.
 - Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 30 mg/L de DQO, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
 - Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.
2. Verificar a precisão da faixa de 3 a 150 mg/L com uma solução padrão de 100 mg/L DQO. Preparar dissolvendo 85 mg a seco (120 °C, durante a noite) de ftalato ácido de potássio em 1 litro de água deionizada. Usar 2 mL como o volume de amostra. O resultado deve ser 100 mg/L DQO. Ou diluir 10 mL de Solução Padrão DQO 1000-mg/L em 100 mL para produzir um padrão de 100-mg/L.
 - Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 100 mg/L de DQO, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
 - Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.
3. Verificar a precisão da faixa de 20 a 1,500 mg/L usando uma Solução Padrão DQO de 300 mg/L ou 1000 mg/L. Usar 2 mL destas soluções como volume de amostra;

* Consulte Reagentes opcionais na página 8.

Demanda de Oxigênio, Química (3 a 150, 20 a 1500 e 200 a 15,000 mg/L DQO)

o resultado esperado será de 300 ou 1000 mg/L DQO, respectivamente. Ou preparar um padrão de 500 mg/L dissolvendo 425 mg (120 °C, durante a noite) de ftalato ácido de potássio em 1 litro de água deionizada.

- Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 300 mg/L ou 1000 mg/L de DQO, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
 - Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.
4. Verificar a precisão da faixa de 200 a 15,000 mg/L com uma solução padrão de DQO a 10,000 mg/L. Prepara a solução de 10,000 mg/L dissolvendo 8500 g de desidratado (120 °C, durante a noite) em 1 litro de água deionizada. Usar 0.2 mL desta solução como o volume de amostra; o resultado esperado será 10,000 mg/L DQO.
- Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 10,000 mg/L de DQO, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
 - Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Reagentes alternativos

Os reagentes COD2 sem mercúrio proporcionam uma opção de teste sem mercúrio para outros fins sem relatório de análises. Para as aplicações de controle de processo, os Reagentes COD2 eliminarão os resíduos de mercúrio e economizam nos gastos com descarte. Estes reagentes são totalmente compatíveis com os procedimentos de teste e curvas de calibração programas no espectrômetro. Determinar o cloreto e amônia para obter resultados precisos.

***Nota:** Estes reagentes não são aprovados pela USEPA para fins de emissão de relatórios Solicite uma cópia do "COD Reagent Vial Information Brochure, Lit. No. 1356" para obter mais informações sobre aplicações específicas.*

Resumo do método

Os resultados em mg/L de DQO são definidos como o mg de O₂ consumido por litro da amostra sob as condições deste procedimento. Neste procedimento, a amostra é aquecida por duas horas com um forte agente oxidante, dicromato de potássio. Os compostos orgânicos oxidáveis reagem, reduzindo o íon de dicromato (Cr₂O₇²⁻) para o íon crômico verde (Cr³⁺). Quando o método 0.7–40.0 ou o método 3–150 mg/L é aplicado, a quantidade de Cr⁶⁺ remanescente é determinada. Quando o método 20–1500 mg/L ou 200–15,000 mg/L é utilizado, a quantidade de Cr³⁺ produzida é determinada. O reagente DQO também contém íons de prata e mercúrio. A prata é um catalisador e o mercúrio é utilizado para complexar interferências do cloreto. Os resultados do teste para a faixa de 0.7 a 40.0 mg/L são medidos em 350 nm. Os resultados do teste para a faixa de 3 a 150 mg/L são medidos em 420 nm. Os resultados de teste para a faixa de 20 a 1500 e 2000 a 15,000 mg/L DQO são medidos em 620 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Selecionar o tubo de reagente de digestão por DQO apropriado:			
Faixa ultra-baixa, 0.7 a 40 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	24158-25
Faixa baixa, 3 a 150 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	21258-25
Faixa alta, 20 a 1500 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	21259-25
Faixa alta Plus, 200 a 15,000 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	24159-25
Água, deionizada	variável	4 L	272-56

Reagentes alternativos¹

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Selecionar o tubo de reagente de digestão por DQO apropriado:			
DQO2, Faixa baixa, 0 a 150 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	25650-25
DQO2, Faixa alta, 0 a 1500 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	25651-25
DQO2, Faixa alta, 0 a 1500 mg/L DQO	1–2 tubos	150/pc.	25651-15
DQO2, Faixa alta Plus, 0 a 15,000 mg/L DQO	1–2 tubos	25/pc.	28343-25

¹ Estes reagentes não são aprovados pela USEPA para fins de emissão de relatórios Solicitar uma Cópia do "COD Reagent Vial Information Brochure", Lit. No. 1356 para obter mais informação sobre aplicações específicas

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Misturador, 2 velocidades, 120 VCA	1	cada	26161-00
Misturador, 2 velocidades, 240 VCA	1	cada	26161-02
Reator DRB200, 110 V, 15x6 mm	1	cada	LTV082.53.40001
Reator DRB200, 220 V, 15x16 mm	1	cada	LTV082.52.40001
Cortina contra luz	1	cada	LZV646

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de DQO, 300 mg/L	200 mL	12186-29
Solução padrão de DQO, 1000 mg/L	200 mL	22539-29
Padrão de demanda de oxigênio (DBO, DQO, COT)	16 ampolas de 10 mL	28335-10
Carga de pipeta, bulbo de segurança	1	cada
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL	1	cada
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1	50/pc.
Pipeta, volumétrica, Classe A, 2.00 mL	1	cada
Ftalato ácido de potássio, ACS	500 g	315-34
Agitador, eletromagnético, 120 MCA, com suporte para eletrodo	1	cada
Agitador, eletromagnético, 230 MCA, com suporte para eletrodo	1	cada
Estante de tubos de teste	1–2	cada

Demanda de Oxigênio, Química (3 a 150, 20 a 1500 e 200 a 15,000 mg/L DQO)

Reagentes opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Tubos de reagente de digestão DQO, 3 a 150 mg/L DQO	150/pc.	21258-15
Tubos de reagente de digestão DQO, 200 a 1500 mg/L DQO	150/pc.	21259-15
Sulfato mercúrico, 28 g	—	1915-20
Ácido sulfúrico, 500 mL	—	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados de teste de magnésio mais precisos, manter a temperatura da amostra entre 21–29 °C (70–84 °F).

O teste detectará a contaminação por cálcio ou magnésio no cilindro misturador, conta-gotas de medição ou células de amostra. Para testar a limpeza, repetir o teste até obter resultados consistentes.

A dureza total em mg/L igual mg/L Ca como CaCO₃ mais mg/L Mg como CaCO₃.

Vestígios de EDTA ou EGTA de testes anteriores podem gerar resultados incorretos. Lavar cuidadosamente as células de amostra antes de utilizá-las.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Solução alcalina para teste de Cálcio e Magnésio	1 mL
Solução indicadora de cálcio e magnésio	1 mL
Solução EDTA, 1 M	1 gota
Solução EGTA	1 gota
Cilindro, 100-mL graduado misturador	1
Conta-gotas, mensuração, 0.5 e 1.0 mL	2
Células de amostra, 1-polegada quadrada	3

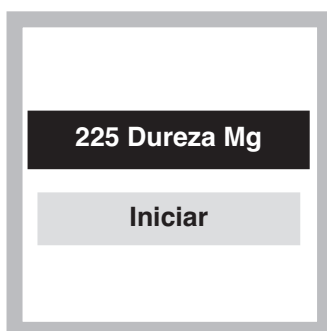
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Calmagita

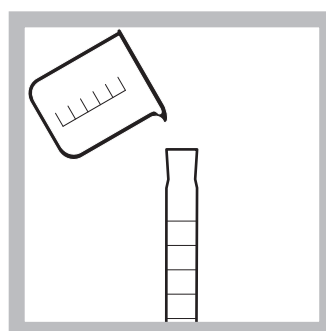
Método 8030



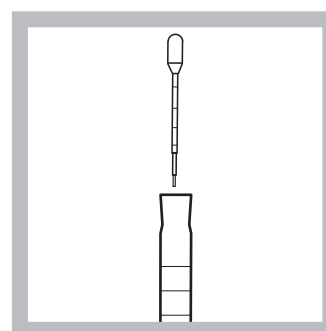
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMASZ..**



2. Selecionar a análise.

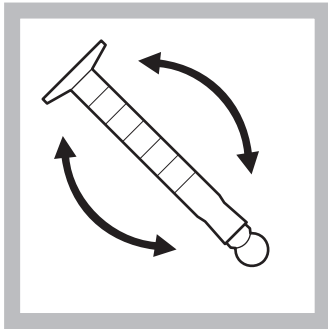


3. Adicionar 100 mL da amostra em um cilindro misturador graduado de 100-mL.

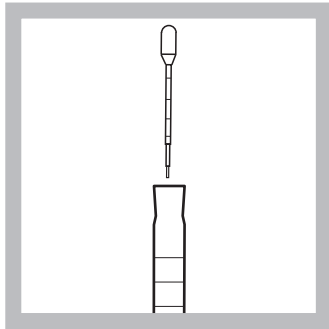


4. Adicionar 1.0 mL da solução indicadora de Cálcio ou Magnésio usando um conta-gotas de medição de 1.0 mL.

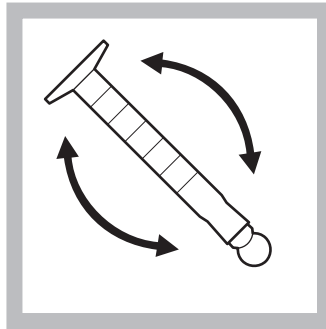
Dureza (0.05 a 4.00 mg/L Ca e Mg como CaCO₃)



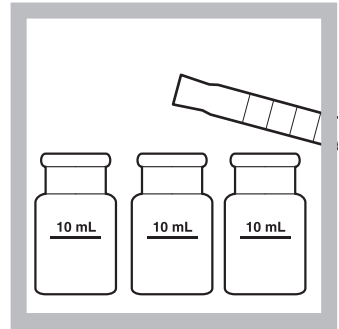
5. Tampar o cilindro e inverter diversas vezes.



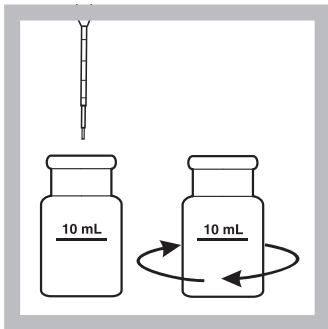
6. Adicionar 1.0 mL da solução alcalina para o Teste de Cálcio ou Magnésio usando um conta-gotas de medição de 1.0 mL.



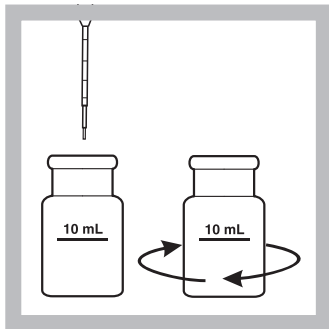
7. Tampar o cilindro e inverter diversas vezes.



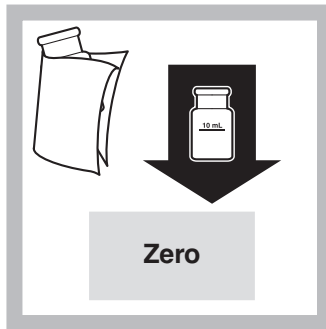
8. Adicionar 10 mL da solução em cada uma das **três** células de amostra quadradas.



9. **Preparação do branco:** Adicionar uma gota da solução EDTA 1 M à **primeira** célula. Gire para misturar.



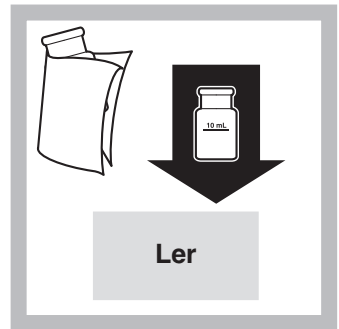
10. **Amostra de magnésio:** Adicionar uma gota da solução EGTA à **segunda** célula. Gire para misturar.



11. Inserir o **branco** (primeira célula) no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L Mg CaCO₃

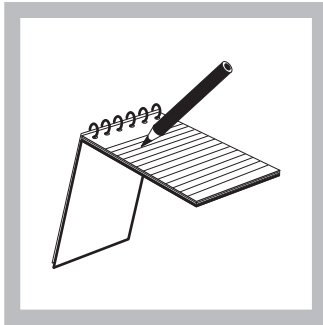


12. Inserir a **amostra de magnésio** (segunda célula) no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **LER**.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L de magnésio na forma de carbonato de cálcio.

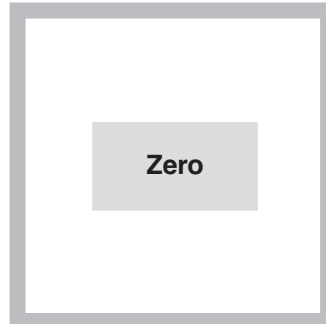
Este valor representa a quantidade de magnésio na amostra, expresso como CaCO₃.



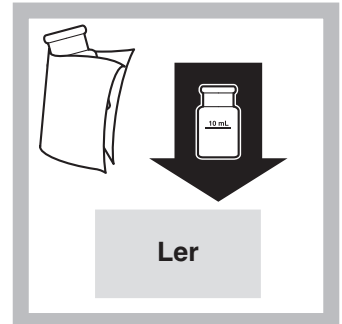
13. Não remover a célula do instrumento. Registrar ou guardar os resultados do magnésio antes de prosseguir com a etapa 14.



14. Pressionar **SAIR**.
Selecionar a análise.
Pressionar **Iniciar**.



15. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L Ca CaCO₃
Remover a segunda célula.



16. **Amostra de Cálcio:**
Inserir a **terceira** célula no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L de cálcio na forma de carbonato de cálcio.

Este valor representa a quantidade de cálcio na amostra, expresso como CaCO₃.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cromo (3+)	Acima de 0.25 mg/L
Cobre (2+)	Acima de 0.75 mg/L
EDTA, quelado	Acima de 0.2 mg/L como CaCO ₃
EDTA ou EGTA	Os vestígios restantes em células de amostra de testes anteriores produzirão resultados imprecisos. Lavar cuidadosamente as células antes de utilizá-las.
Ferro (2+)	Acima de 1.4 mg/L
Ferro (3+)	Acima de 2.0 mg/L
Manganês (2+)	Acima de 0.20 mg/L
Zinco (2+)	Acima de 0.050 mg/L
Ca >1.0 mg/L; Mg >0.25 mg/L	Para resultados mais precisos no teste de cálcio, realizar o teste novamente em uma amostra diluída quando o cálcio apresentar um valor superior a 1.0 e o magnésio apresentar um valor superior a 0.25 mg/L como CaCO ₃ . Não é preciso executar novamente o teste se algum deles estiver abaixo destas respectivas concentrações.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar amostras em garrafas plásticas lavadas com ácido. Ajustar o pH da amostra para 2 ou menos com ácido nítrico (cerca de 5 mL por litro). Resfriar as amostras a 4 °C. As amostras preservadas podem ser armazenadas por até seis meses. Antes da análise, ajustar o pH da amostra entre 3 e 8 com a solução padrão de hidróxido de sódio 5.0 N*. Corrigir os resultados do teste para adições de volume.

Resumo do método

O método colorimétrico para medição de dureza complementa o método convencional titrimétrico, visto que este método pode avaliar níveis consideravelmente baixos de cálcio e magnésio. Ademais, alguns metais (apresentados na tabela acima) que interferem com o método titrimétrico podem ser irrelevantes ao diluir a amostra para trazê-lo dentro dos limites deste teste. O corante indicador é a calmagita, que forma uma coloração roxo-azulado com uma solução fortemente alcalina, e muda para a cor vermelha quando reagem com o cálcio livre ou magnésio. As determinações de cálcio e magnésio são feitas pela quelação do cálcio com o EGTA para destruir a cor vermelha, causada pelo cálcio, e então pela quelação do cálcio e magnésio com o EDTA para destruir a coloração vermelha devido a ambos cálcio e magnésio. As concentrações de cálcio e magnésio podem ser determinadas medindo a cor vermelha em diferentes estágios. Os resultados do teste são medidos a 522 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de dureza (100 testes), inclui:	—	—	23199-00
Solução alcalina para teste de Cálcio e Magnésio	1 mL	100 mL MDB	22417-32
Solução indicadora de cálcio e magnésio	1 mL	100 mL MDB	22418-32
Solução EDTA, 1 M	1 gota	50 mL SCDB	22419-26
Solução EGTA	1 gota	50 mL SCDB	22297-26

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Cilindro, 100-mL graduado misturador	1	cada	1896-42
Conta-gotas, mensuração, 0.5 e 1.0 mL	2	20/pc.	21247-20
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	3	2/pc.	24954-02

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Ácido nítrico	152-49
Solução padrão de hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-32



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Ferro, Total

★Método 8008

FerroVer Método¹

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

(0.02 a 3.00 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar; requer digestão para determinação do ferro total; aprovado pelo USEPA para análise de água residual²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² *Registro Federal*, 27 de junho de 1980; 45 (126:43459)



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Requer digestão para determinação do ferro total para fins de relatório do EPA.

Para resultados mais precisos, determinar um valor de branco do reagente para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor de branco do reagente dos resultados finais ou realizar um ajuste de branco do reagente. Para mais informação, consulte o manual do usuário.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacote de reagente de ferro em pó FerroVer	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL	2
Teste AccuVac:	
Ampola AccuVac de reagente de ferro FerroVer	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL, redonda, com tampa	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

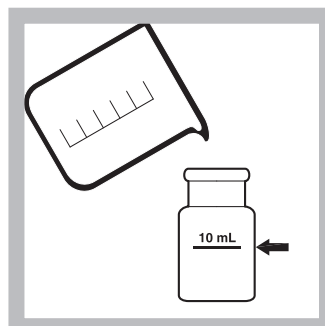
Pacotes de reagente em pó Método 8008



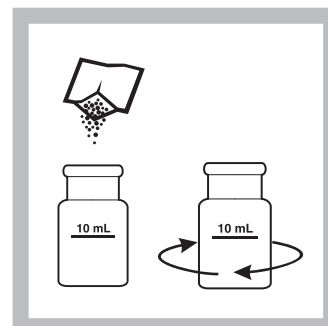
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ..**



2. Selecionar a análise.

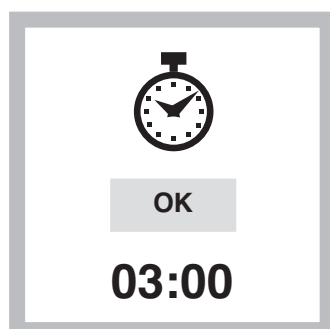


3. **Amostra preparada:** Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



4. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de ferro em pó FerroVer à célula de amostra. Gire para misturar.

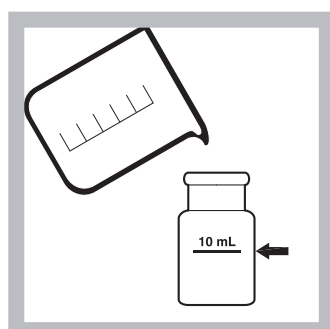
A presença de ferro é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração laranja.



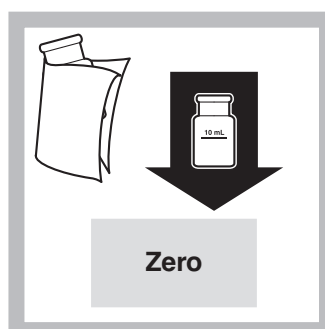
5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 3 minutos se iniciará.

(Deixar que as amostras com ferrugem reajam por ao menos 5 minutos.)



6. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

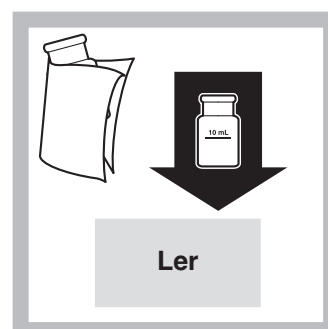


7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L Fe



8. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

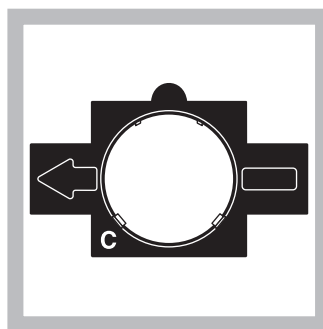
Os resultados são dados em mg/L Fe.

Ampolas AccuVac

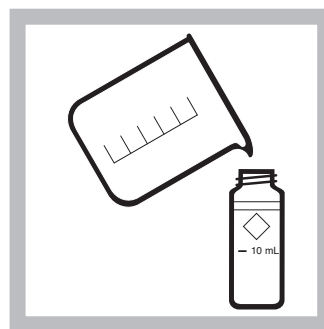
Método 8008



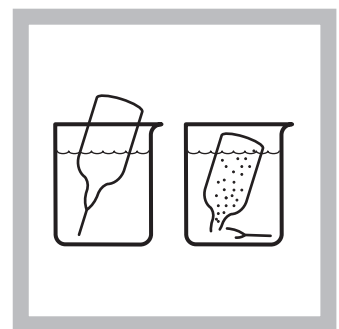
1. Selecionar a análise.



2. Inserir o adaptador C.



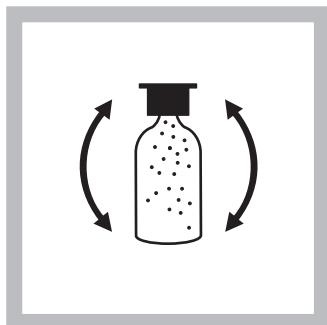
3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra redonda com 10 mL da amostra.



4. **Amostra preparada:** Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL.

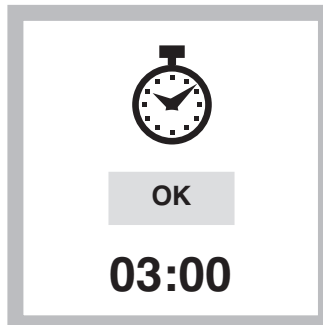
Encher uma ampola AccuVac FerroVer com a amostra.

Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



5. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar.

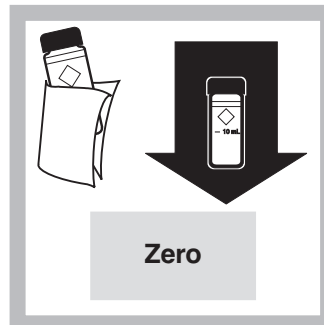
Limpar qualquer vestígio de líquido ou impressões digitais.



6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 3 minutos se iniciará.

(Deixar que as amostras com ferrugem reajam por ao menos 5 minutos.)

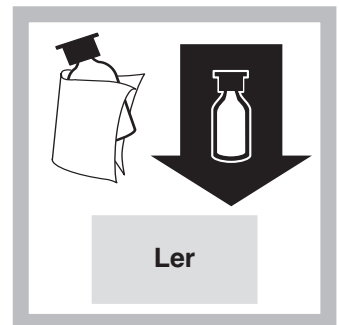


7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L Fe



8. Limpar a Ampola AccuVac e inseri-la no suporte de célula de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L Fe.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cálcio, Ca ²⁺	Sem efeito se inferior a 10,000 mg/L como CaCO ₃ .
Cloreto, Cl ⁻	Sem efeito se inferior a 185,000 mg/L.
Cobre, Cu ²⁺	Sem efeito. O Reagente FerroVer contém um agente de mascaramento.
Altos níveis de ferro	Inibe o desenvolvimento de cor. Diluir a amostra e re-testar para verificar os resultados.
Óxido de ferro	Requer digestão moderada, vigorosa ou Digesdahl. Após a digestão, ajustar a amostra ao pH 3–5 com hidróxido de sódio, em seguida, analisar.
Magnésio	Sem efeito a 100,000 mg/L na forma de carbonato de cálcio.
Molibdato Molibdênio	Sem efeito a 50 mg/L na forma Mo.
Altos níveis de sulfeto, S ²⁻	<ol style="list-style-type: none">1. Tratar em coifa ou área bem ventilada. Adicionar 5 mL de ácido hidroclórico¹, ACS em 100 mL de amostra em um frasco Erlenmeyer de 250-mL. Ferver por 20 minutos.2. Esfriar. Ajustar o pH para 3–5 com hidróxido de sódio¹. Reajustar o volume para 100 mL com água deionizada.3. Analisar.
Turvação	<ol style="list-style-type: none">1. Adicionar um colher de 0.1 removedor de ferrugem RoVer ao branco Gire para misturar.2. Zerar o instrumento com este branco.3. Se a amostra permanecer turva, adicionar três colheres de 0.2 g de RoVer à uma amostra de 75-mL. Deixar em repouso por 5 minutos.4. Filtrar usando um filtro de membrana de vidro ou um suporte de filtro ¹.5. Usar a amostra filtrada nas etapas 6 e 3.
pH de amostra Extremo	Ajustar o pH em 3–5.
Amostras altamente tamponadas	Ajustar o pH em 3–5.

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico com lavagem ácida. Não é necessária a adição ácida se a amostra for analisada imediatamente. Para preservar as amostras, ajustar o pH para 2 ou menos com ácido nítrico concentrado (cerca de 2 mL por litro). As amostras preservadas podem ser armazenadas por no máximo seis meses sob temperatura ambiente. Antes da análise, ajustar o pH da amostra entre 3 e 5 com a solução padrão de hidróxido de sódio 5.0 N. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Para a determinação exclusiva do ferro dissolvido, filtre a amostra antes da adição de ácido.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.

3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de ferro Voluette, 25-mg/L.
5. Preparar uma amostra contaminada de 0.1 mL adicionando 0.1 mL do padrão à amostra não-contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
6. Preparar uma amostra contaminada de 0.2 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.1 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
7. Preparar uma amostra contaminada de 0.3 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.2 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.

***Nota:** Para ampolas AccuVac, encher três cilindros misturadores* com 50-mL da amostra e contaminar com 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros misturadores para três béqueres de 50 mL*. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

8. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Preparar uma solução padrão de ferro a 2.00-mg/L pipetando 2.00 mL de solução padrão de ferro, 100-mg/L, em um frasco volumétrico de 100-mL. Diluir até a marca com água deionizada. Tampar e inverter a mistura. Preparar esta solução diariamente. Executar o procedimento para ferro conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

* Consulte Reagentes e aparelhos opcionais na página 6.

Ferro, Total (0.02 a 3.00 mg/L)

Resumo do método

O reagente de ferro FerroVer converte todas as formas solúveis de ferro e as formas mais insolúveis de ferro na amostra em ferro ferroso solúvel. O ferro ferroso reage com o indicador 1,10 fenantrolina no reagente para formar uma cor laranja na proporção da concentração de ferro. Os resultados do teste foram medidos a 510 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de ferro em pó FerroVer (para amostra de 10-mL) Ou	1	100/pc.	21057-69
Ampolas Accuvac de reagente FerroVer	1	25/pc.	25070-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Célula de amostra, 10-mL, com tampa	1	cada	21228-00
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de ferro, 100 mg/L	100 mL	14175-42
Solução padrão de ferro, ampola Voluette 10-mL, 25-mg/L como Fe	16/pc.	14253-10
Padrão de metais em água potável, LR para Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Padrão de metais em água potável, HR para Cu, Fe, Mn	500 mL	28336-49
Água, deionizada	4 L	272-56
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Frasco, volumétrico, Classe A, 100 mL	cada	14574-42
Pipeta, volumétrica, Classe A, 2.00 mL	cada	14515-36
Carga de pipeta, bulbo de segurança	cada	14651-00

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Béquer, 50-mL	500-41H
Cilindro, misturador	1896-41
Ácido clorídrico concentrado	134-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Ácido nítrico, concentrado	152-49
Solução padrão de hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-32
Filtro de membrana de vidro	2530-00
Suporte para filtro de membrana de vidro	2340-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Escopo e Aplicação: Para água, águas residuais e água do mar; aceito pela USEPA para análise de água potável e água residual (requer destilação; veja *Destilação on page 4*)²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 4500-F B & D.*

² O procedimento é equivalente ao método USEPA 340.1 para água potável e água residual.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

A amostra e a água desionizada devem estar sob a mesma temperatura (± 1 °C). Os ajustes de temperatura podem ser feitos antes ou após a adição de reagente.

O reagente SPADNS é tóxico e corrosivo. Cuidado ao lidar com o reagente.

Para ótimos resultados, medir o volume do Reagente SPADNS da forma mais precisa possível.

Se o instrumento exibir Gama medição dem. ext.!, diluir uma amostra virgem em igual volume de água desionizada e repetir o teste, usando esta solução na etapa 3. Multiplicar o resultado por 2.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

	Quantidade
Teste de solução:	
Solução do Reagente SPADNS	4 mL
Água desionizada	10 mL
Pipeta, volumétrica, 2-mL	1
Pipeta, volumétrica, 10-mL	1
Bulbo de carga para pipeta	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2
Termômetro, -10 a 110 °C	1
Teste AccuVac:	
Ampolas AccuVac de Reagente de Fluoreto SPADNS	2
Água desionizada	40 mL
Béquer, 50-mL	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontra-se na página 6.

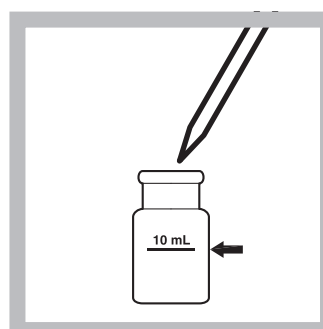
Nota Importante: O Reagente SPADNS contém arsenito sódico. As soluções finais conterão arsênico (D004) em concentração suficiente para que sejam classificadas como resíduo perigoso pela Federal RCRA. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) para instruções de disposição.



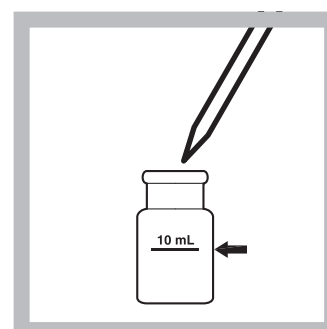
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



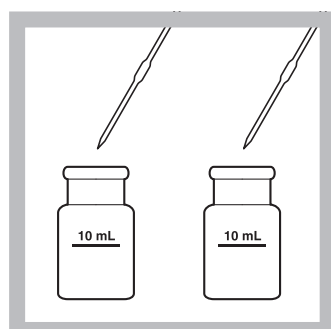
2. Selecionar a análise.



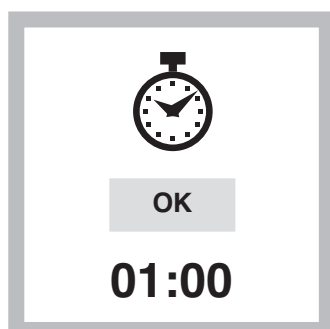
3. **Amostra preparada:** Pipetar 10.0 mL da amostra em uma célula de amostra quadrada e seca.



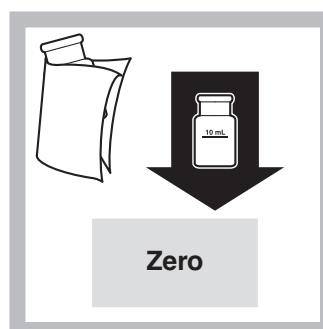
4. **Preparação do branco:** Pipetar 10.0 mL de água desionizada em uma segunda célula quadrada e seca.



5. Pipetar cuidadosamente 2.0 mL de Reagente SPADNS em cada célula. Gire para misturar.

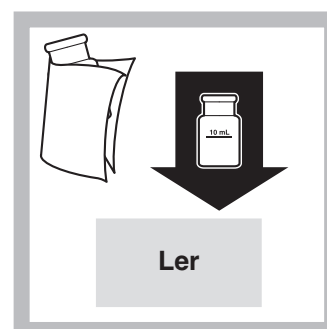


6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 1 minuto se iniciará.



7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:
0.00 mg/L F⁻



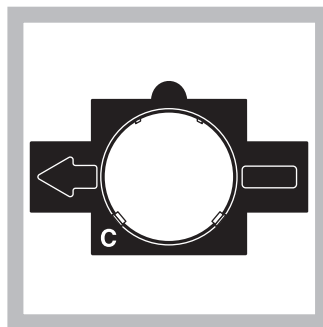
8. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito. Pressionar **LER**. Os resultados são dados em mg/L F⁻.

Ampolas AccuVac

Método 8029



1. Selecionar a análise.



2. Inserir o adaptador C.



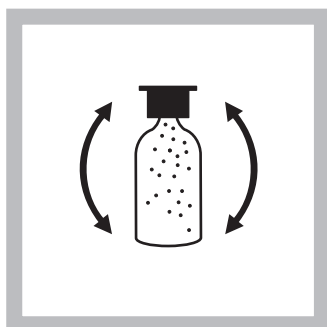
3. **Amostra preparada:**
Coletar ao menos 40 mL da amostra em um bquer de 50-mL.

Encher uma ampola AccuVac de reagente de fluoreto SPADNS com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



4. **Preparação do branco:** Adicionar ao menos 40 mL de água desionizada em um segundo bquer.

Encher uma segunda ampola com água desionizada. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



5. Inverter rapidamente ambas as ampolas várias vezes para misturar.



6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 1 minuto se iniciará.

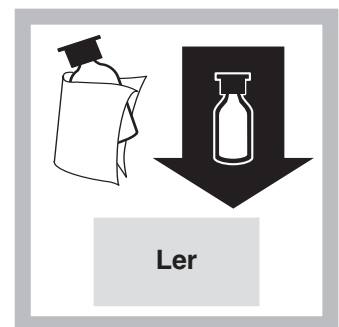


7. Quando o temporizador expirar, limpar a ampola AccuVac que contém o branco e inseri-la no suporte de célula de amostra.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L F⁻



8. Limpar a ampola AccuVac que contém a amostra preparada e inseri-la no suporte de células de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L F⁻.

Interferências

Este teste é sensível a pequenas quantidades de interferência. Os recipientes de vidro devem estar muito bem limpos (lavagem ácida antes de cada uso). Repetir o teste com o mesmo recipiente de vidro para garantir a precisão dos resultados.

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Alcalinidade (como CaCO ₃)	A 5000 mg/L ele gera um erro de -0.1 mg/L F ⁻ .
Alumínio	A 0.1 mg/L ele gera um erro de -0.1 mg/L F ⁻ . Para verificar as interferências causadas por alumínio, fazer a leitura da concentração um minuto após a adição do reagente, e depois fazer nova leitura após 15 minutos. Um aumento considerável na concentração sugere uma interferência por alumínio. Esperar 2 horas antes de realizar a leitura final, isso eliminará o efeito de até 3.0 mg/L de alumínio.
Cloreto	A 7000 mg/L ele gera um erro de +0.1 mg/L F ⁻ .
Cloro	O Reagente SPADNS contém arsenito suficiente para eliminar a interferência em até 5 mg/L de cloro. Para níveis mais altos de cloro, adicionar uma gota da solução de arsenito sódico ¹ a 25 mL da amostra para cada 2 mg/L de cloro.
Ferro, férrico	A 10 mg/L ele gera um erro de -0.1 mg/L F ⁻ .
Fosfato, orto	A 16 mg/L ele gera um erro de +0.1 mg/L F ⁻ .
Hexametáfosfato sódico	A 1.0 mg/L ele gera um erro de +0.1 mg/L F ⁻ .
Sulfato	A 200 mg/L ele gera um erro de +0.1 mg/L F ⁻ .

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 7](#).

Destilação

A maioria das interferências pode ser eliminada pela destilação da amostra a partir de uma solução ácida, conforme descrito abaixo:

1. Instalar o equipamento de destilação para destilação geral. Consultar o manual do equipamento de destilação para instruções de montagem. Usar um frasco Erlenmeyer 125-mL para coletar o destilado.
2. Abrir o registro de água e manter um fluxo constante no condensador.
3. Medir 100 mL da amostra no frasco de destilação usando um cilindro graduado de 100-mL. Adicionar uma barra de agitação magnética e 5 cápsulas de vidro.
4. Ativar o botão do agitador. Ajustar o controle de agitação em 5.
5. Usando um cilindro graduado de 250-mL, adicionar cuidadosamente 150 mL de Solução de Destilação StillVer no frasco. (A Solução de Destilação StillVer é uma mistura de proporção 2:1 composta por ácido sulfúrico concentrado e água.)

Nota: Ao destilar amostras com grande quantidade de cloreto, adicionar 5 mg de Sulfato de Prata* à amostra para cada mg/L de cloreto na amostra.

6. Com o termômetro pronto, aumente o controle de calor para 10. A lâmpada piloto amarela indica que o aquecedor está ligado.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 7](#).

7. Quando a temperatura atinge 180 °C ou quando 100 mL do destilado pode ser coletada, desligar o destilador (requer aproximadamente 1 hora).
8. Diluir o destilado em um volume de 100 mL, se necessário. O destilado pode ser analisado pelo método SPADNS ou pelo método de eletrodo seletor de íon de fluoreto.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

As amostras podem ser armazenadas em frascos de vidro ou plásticos por até sete dias, quando resfriadas a 4 °C (39 °F) ou menos. Aquecer as amostras a temperatura ambiente antes de realizar a análise.

Comprovação de precisão

Método de solução padrão

Uma grande variedade de soluções padrão que abrange a faixa completa encontra-se disponível. Usar estas em vez da amostra para verificar a técnica.

As pequenas variações entre os lotes de reagentes se tornam mensuráveis quando acima de 1.5 mg/L. Enquanto os resultados nesta região possam ser utilizados para diversas finalidades, pode-se obter maior precisão diluindo uma amostra virgem em proporção 1:1 com água desionizada e realizado o teste novamente. Multiplicar o resultado por 2.

Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com uma solução padrão:

1. Pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu de programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES.**
2. Pressionar **LIG.** Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende das unidades selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK.** Pressionar **AJUSTAR.**

Resumo do método

O Método SPADNS para a determinação de fluoreto requer a reação do fluoreto com uma solução de corante de zircônio vermelho. O fluoreto combina-se com parte do zircônio para formar um complexo incolor, desta forma, alveja a coloração vermelha em quantidade proporcional à concentração de fluoreto. Este método é aceito pelo EPA para emissão de relatórios NPDES e NPDWR quando as amostras são destiladas. Amostras de água do mar e água residual requerem destilação. Os resultados do teste são medidos a 580 nm.

Fluoreto (0.02 a 2.00 mg/L F⁻)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Solução do Reagente SPADNS	4 mL	500 mL	444-49
Ou			
Ampolas AccuVac de Reagente de Fluoreto SPADNS	2	25/pc.	25060-25
Água, desionizada	10 mL	4 L	272-56

Aparelhos necessários (Solução)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Carga de pipeta, bulbo de segurança	1	cada	14651-00
Pipeta, volumétrica, Classe A, 2.00-mL	1	cada	14515-36
Pipeta, volumétrica, Classe A, 10.00-mL	1	cada	14515-38
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02
Termômetro, -10 a 110 °C	1	cada	1877-01

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de fluoreto, 0.2-mg/L F ⁻	500 mL	405-02
Solução padrão de fluoreto, 0.5-mg/L F ⁻	500 mL	405-05
Solução padrão de fluoreto, 0.8-mg/L F ⁻	500 mL	405-08
Solução padrão de fluoreto, 1.0-mg/L F ⁻	1000 mL	291-53
Solução padrão de fluoreto, 1.0-mg/L F ⁻	500 mL	291-49
Solução padrão de fluoreto, 1.2-mg/L F ⁻	500 mL	405-12
Solução padrão de fluoreto, 1.5-mg/L F ⁻	500 mL	405-15
Solução padrão de fluoreto, 2.0-mg/L F ⁻	500 mL	405-20
Solução padrão de fluoreto, 100-mg/L F ⁻	500 mL	232-49
Padrão, Água Potável, Parâmetro Misto, Inorgânico para F ⁻ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄	500 mL	28330-49

Itens de consumo e reposição (continuação)**Reagentes e aparelhos de destilação**

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Cilindro, graduado, 100-mL	1	cada	508-42
Cilindro, graduado, 250-mL	1	cada	508-46
Aquecedor de destilação e conjunto de equipamentos de suporte, 115 VCA, 50/60 Hz	1	cada	22744-00
E			
Aquecedor de destilação e conjunto de equipamentos de suporte, 230 VCA, 50/60 Hz	1	cada	22744-02
Ou			
Conjunto de equipamento de destilação, finalidade geral	1	cada	22653-00
Frasco, Erlenmeyer, 125-mL	1	cada	20897-43
Cápsulas de vidro	1	100/pc.	2596-00
Solução de destilação StillVer	variável	500 mL	446-49
Barra de agitação, magnética	1	cada	10764-16

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Sulfato de prata	334-14
Solução de arsenito sódico 0.5 g/L	1047-32



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Fósforo, Reativo (Ortofosfato)

★Método 8048

Método PhosVer 3 (Ácido Ascórbico)¹

Pacotes de reagentes em pó ou Ampolas AccuVac

(0.02 a 2.50 mg/L PO₄³⁻)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar; aprovado pela USEPA para análise de água residual²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² O procedimento é equivalente ao método 365.2 da USEPA e Método Padrão 4500-P-E para água potável.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor do reagente branco para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor reagente branco dos resultados finais ou realizar um ajuste de reagente branco.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacote de reagente em pó de fosfato PhosVer 3	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2
Tampas para tubo de 18 mm	1
Teste AccuVac:	
Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL	40 mL
Ampola AccuVac para pacote de reagente em pó de fosfato PhosVer 3	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL redonda	1
Tampa para tubo de 18-mm (fornecido com as PhosVer AccuVacs)	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

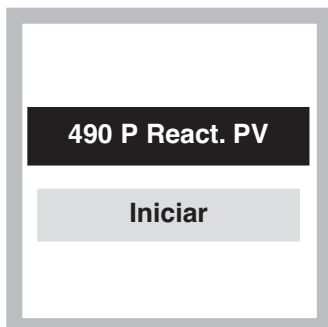
Nota: A presença de fósforo é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração azul.

Pacotes de reagentes em pó

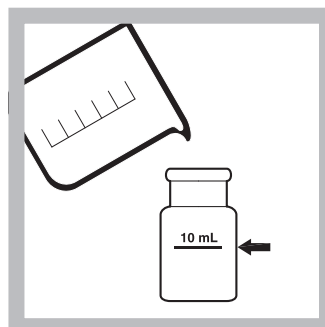
Método 8048



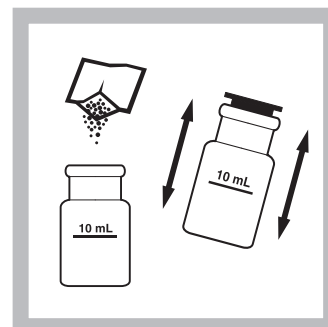
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



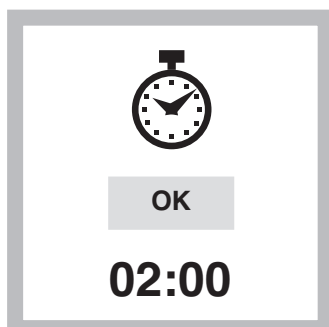
2. Selecionar a análise.



3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10-mL da amostra.

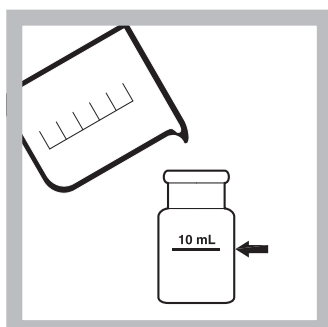


4. **Amostra preparada:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de fosfato PhosVer 3 à célula de amostra. Tampar imediatamente e agitar vigorosamente por 30 segundos.

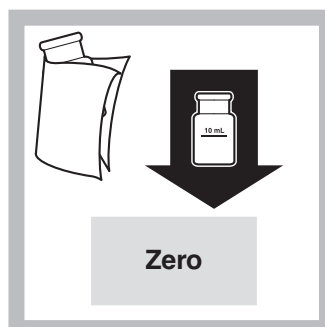


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará. Se a amostra não for digerida usando a digestão de persulfato ácido, um período de reação de dez minutos é necessário.



6. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

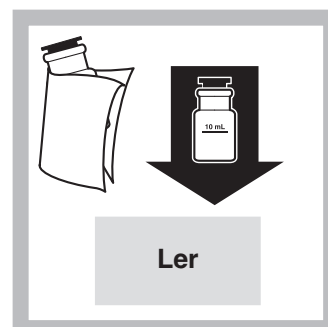


7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L PO₄³⁻



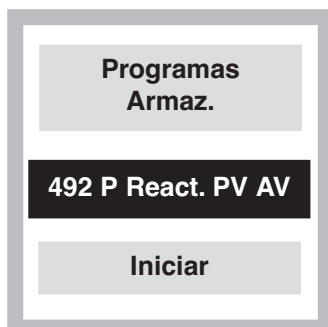
8. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

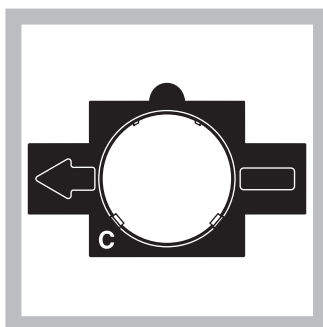
Os resultados são dados em mg/L PO₄³⁻.

Ampolas AccuVac

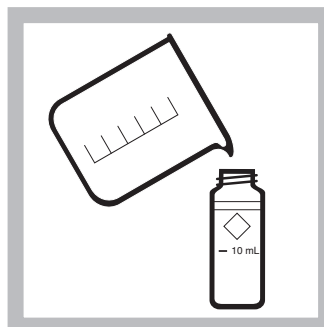
Método 8048



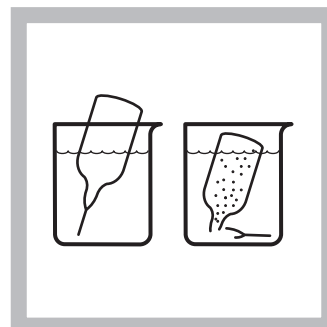
1. Selecionar a análise.



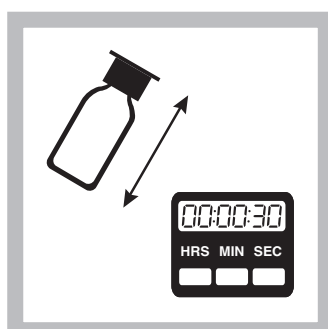
2. Inserir o adaptador C.



3. **Preparação do branco:** Encher uma célula de amostra redonda com 10-mL da amostra.

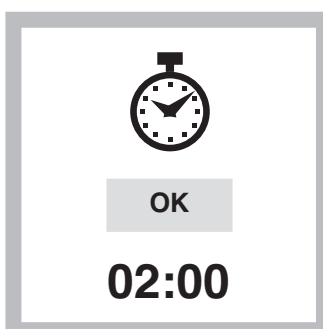


4. **Amostra preparada:** Encher uma ampola AccuVac PhosVer 3 com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.



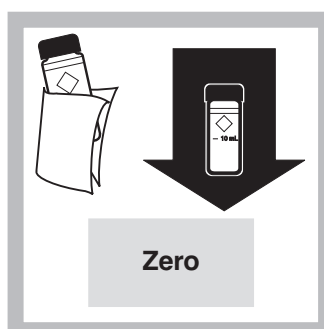
5. Prender uma tampa de ampola sobre a ponta da ampola. Agitar a ampola por aproximadamente 30 segundos.

A precisão não é afetada pelo pó não-dissolvido.



6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará. Se a amostra não for digerida usando a digestão de persulfato ácido, um período de reação de dez minutos é necessário.

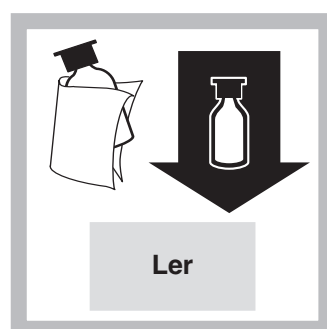


7. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra.

Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.00 mg/L PO₄³⁻



8. Limpar a Ampola AccuVac e inseri-la no suporte de célula de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L PO₄³⁻.

Interferência

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Alumínio	Maior que 200 mg/L
Arseniato	Interfere em qualquer nível.
Cromo	Maior que 100 mg/L
Cobre	Maior que 10 mg/L
Sulfeto de hidrogênio	Interfere em qualquer nível
Ferro	Maior que 100 mg/L
Níquel	Maior que 300 mg/L
ph, tamponamento excessivo	Amostras altamente tamponadas ou com pH extremo de amostra podem exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e exigir o pré-tratamento da amostra. O pH recomendado é de 2–10.
Sílica	Maior que 50 mg/L
Silicato	Maior que 10 mg/L
Turvação (grande quantidade) ou coloração	Pode causar resultados inconsistentes devido ao ácido no pacote de reagente, que pode dissolver parte das partículas suspensas e devido à desorção variável de ortofosfato das partículas. Para amostras com alta turvação ou coloração, adicionar o conteúdo de um pacote de pré-tratamento ¹ de fosfato a 25 mL da amostra. Misturar bem. Usar esta solução para zerar o instrumento.
Zinco	Maior que 80 mg/L

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar a amostra em garrafas plásticas ou de vidro que foram limpas com Solução de Ácido Hidroclórico* 1:1 e lavadas com água deionizada. Não usar detergentes comerciais contendo fosfato para a limpeza de vidros usados na análise de fosfato.

Analisar as amostras imediatamente para melhores resultados. Caso não seja possível realizar a pronta análise, conservar as amostras filtrando-as imediatamente e armazenando-as a 4 °C (39 °F) por até 48 horas. A amostra deve estar a temperatura ambiente antes da análise.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

4. Abrir uma ampola de padrão de fosfato 10-mL, 50-mg/L PO₄³⁻.
5. Preparar uma amostra contaminada de 0.1 mL adicionando 0.1 mL do padrão à amostra não-contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
6. Preparar uma amostra contaminada de 0.2 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.1 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado.
7. Preparar uma amostra contaminada de 0.3 mL adicionando 0.1 mL do padrão à 0.2 mL da amostra contaminada. Pressionar o ícone do temporizador. Assim que o temporizador soar, ler o resultado. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.

Nota: Para ampolas AccuVac, encher três cilindros misturadores com 50 mL da amostra e contaminar com 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros misturadores para três béqueres* de 50-mL. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

8. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Preparar uma solução padrão de fosfato a 2.00 mg/L pipetando 4.00 mL de uma solução padrão de fosfato a 50 mg/L em um frasco volumétrico de 100 mL. Diluir ao volume com água desmineralizada e misturar. Usar esta solução em vez da amostra, e realizar o teste conforme descrito acima.

(Alternativamente, usar um dos padrões com parâmetro misto apresentados em [Padrões recomendados na página 6](#). Estes contêm 2.0 mg/L de fosfato.)

2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

O ortofosfato reage com o molibdato em um meio ácido para produzir um complexo misto de fosfato/molibdato. O ácido ascórbico reduz o complexo, resultando em uma coloração azul intensa do molibdênio. Os resultados do teste foram medidos a 880 nm.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Fósforo, Reativo (Ortofosfato) (0.02 a 2.50 mg/L PO₄³⁻)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacote de reagente em pó de fosfato PhosVer 3, 10-mL	1	100/pc.	21060-69
Ou			
Ampola AccuVac para pacote de reagente em pó de fosfato PhosVer 3	1	25/pc.	25080-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagentes em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, par	2	2/pc.	24954-02
Tampas para tubo de 18-mm	1	6/pc.	1731-06

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10-mL, com tampa	1	cada	21228-00

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de fosfato, ampola Voluette 10-mL, 50-mg/L como PO ₄	16/pc.	171-10
Solução padrão de fosfato, 50 mg/L como PO ₄	500 mL	171-49
Solução padrão de fosfato, 1 mg/L como PO ₄	500 mL	2569-49
Padrão, água potável, parâmetro misto, inorgânico: F ⁻ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄	500 mL	28330-49
Padrão de efluentes de águas residuais, para parâmetros mistos: NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL/L	28332-49
Água, deionizada	4 L	272-56

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Béquer, 50-mL	—	500-41H
Solução de ácido hidrolórico 1:1 500 mL	—	884-49
Cilindro de misturação 50-mL	—	1896-41
Pacote de tratamento de fosfato em pó	—	14501-99
Tampas para tubo de 18-mm	25/pc.	1731-06



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Fósforo, Total

Método 10127

Tubos do teste 'N Tube

Método de molibdovanadato com
Digestão de persulfato ácido¹

HR (1.0 a 100.0 mg/L PO₄³⁻)

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Nota importante: Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2 antes de realizar este teste.

Os brancos de reagente podem ser usados mais de uma vez, porém não devem ser usados mais do que um dia.

As amostras finais conterão molibdênio. Além disso, elas terão um pH inferior a 2 e serão consideradas corrosivas (D002) pelo Federal RCRA. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

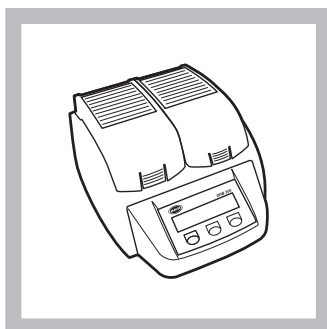
Quantidade

Conjunto de Reagente Test 'N Tube de Fósforo Faixa Alta Total	1
Reator DRB200, 15 x 16 mm	1
Cortina contra luz	1
Pipeta, TenSette, 1 a 10 mL, mais ponteiras	1
Estante de tubos do teste	1-3

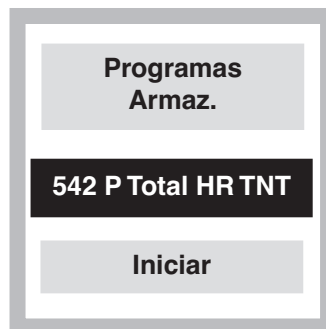
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

Tubo do teste 'N Tube

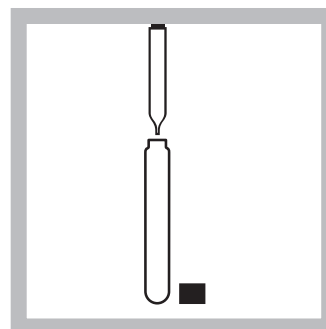
Método 10127



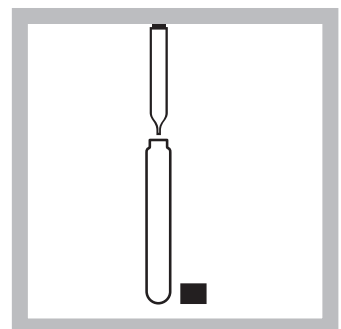
1. Ligar o reator DRB 200. Aquecer a 150 °C.



2. Selecionar a análise. Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2.

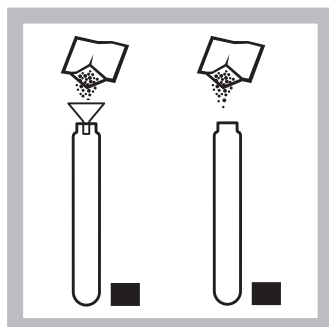


3. **Preparação do branco:** Usar uma pipeta TenSette para adicionar 5.0 mL de água deionizada para um tubo do teste 'N Tube de fósforo total.



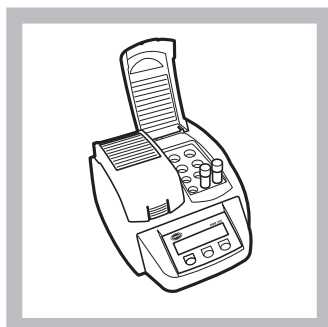
4. **Amostra preparada:** Usar uma pipeta TenSette para adicionar 5.0 mL da amostra a um tubo do teste 'N Tube de fósforo total.

Fósforo, Total HR (1.0 a 100.0 mg/L PO₄³⁻)



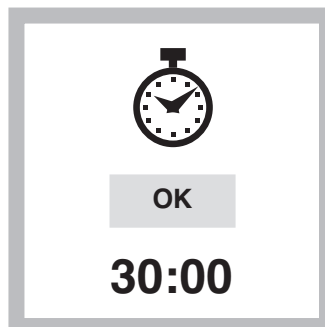
5. Usar um funil para adicionar o conteúdo de um pacote de persulfato de potácio em pó a cada tubo.

Tampar e agitar para dissolver.



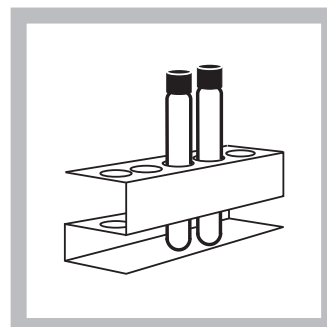
6. Inserir os tubos no reator DRB 200.

Fechar a tampa protetora.

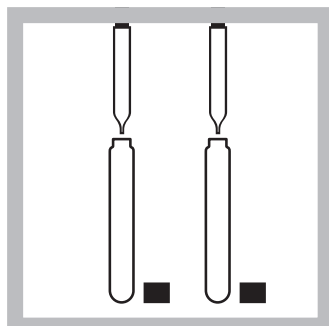


7. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 30-minutos se iniciará.

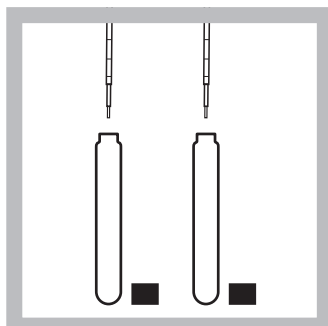


8. Quando o temporizador expirar, remover os tubos quentes do reator. Inserir em uma estante de tubos do teste e deixar esfriar a temperatura ambiente (18–25 °C).



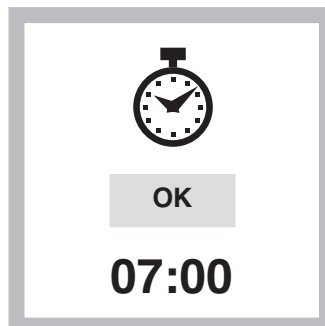
9. Usar uma pipeta TenSette para adicionar 2.0 mL de hidróxido de sódio 1.54 N em cada tubo.

Tampar e inverter a mistura.



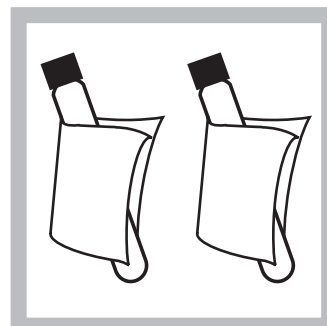
10. Usar um conta-gotas de polietileno para adicional 0.5 mL de reagente de Molibdo-vanadato em cada tubo.

Tampar e inverter a mistura.

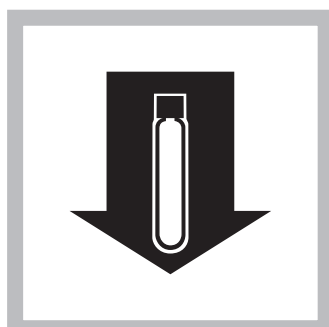


11. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

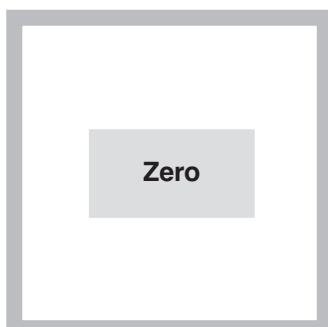
Um período de reação de 7-minutos se iniciará. Ler a amostra dentro de sete a nove minutos após adicionar o Reagente de Molibdovanadato.



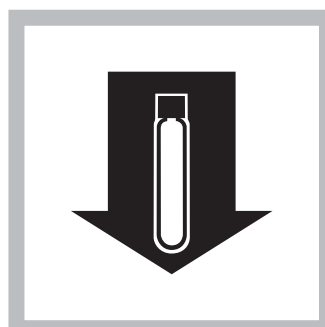
12. Limpar os tubos com uma toalha úmida, seguida por uma toalha seca para remover impressões digitais e outras marcas.



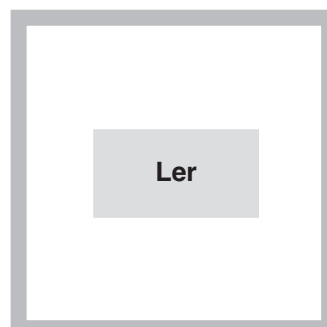
13. Quando o temporizador expirar, inserir o branco no suporte de células de amostra de 16-mm.



14. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.0 mg/L PO₄³⁻



15. Inserir o tubo da amostra em um suporte de células de 16-mm.



16. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L PO₄³⁻.

Interferências

Grandes quantidades de turvação na amostra poden causar resultados inconsistentes devido ao ácido no pacote de reagente, que pode dissolver parte das partículas suspensas e devido à dessorção variável de ortofosfato das partículas.

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Arseniato	Resulta na interferência positiva se a amostra estiver aquecida quando da adição do reagente de molibdovanadato (após a digestão). ¹ Esfriar a amostra após a digestão antes de adicionar o reagente.
Ferro, ferroso	A cor azul causada por ferro ferroso não interfere se a concentração de ferro for inferior a 100 mg/L.
Molibdato	Causa interferência negativa acima de 1000 mg/L.
Sílica	Resulta na interferência positiva se a amostra estiver aquecida no momento de adição do reagente de molibdovanadato (após a digestão). Esfriar a amostra após a digestão antes de adicionar o reagente.
pH extremo de amostra ou amostras altamente tamponadas	Pode exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes. As amostras podem exigir o pré-tratamento. O pH da amostra deve estar em aproximadamente 7.
Fluoreto, tório, bismuto, tiosulfato ou tiocianato	Causa uma interferência negativa.
Temperatura, Fria (abaixo de 18 °C)	Causa uma interferência negativa.
Temperatura, Quente (superior que 25 °C)	Causa uma interferência positiva. As amostras de pós-digestão devem ser trazidas à temperatura ambiente (18–25 °C) antes da adição do Reagente de molibdovanadato ou do hidróxido de sódio.

¹ Esta substância não causa interferência se aquecer ligeiramente a amostra à temperatura ambiente.

Tabela 2 Sem interferência abaixo de 1000 mg/L

Pirofosfato	Tetraborato	Selenato	Benzoato
Citrato	Oxalato	Lactato	Tartrato
Formato	Salicilato	Al ³⁺	Fe ³⁺
Mg ²⁺	Ca ²⁺	Ba ²⁺	Sr ²⁺
Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	NH ₄ ⁺
Cd ²⁺	Mn ²⁺	NO ₃ ⁻	NO ₂ ⁻
SO ₄ ²⁻	SO ₃ ²⁻	Pb ²⁺	Hg ⁺
Hg ²⁺	Sn ²⁺	Cu ²⁺	Ni ²⁺
Ag ⁺	U ⁴⁺	Zr ⁴⁺	AsO ₃ ⁻
Br ⁻	CO ₃ ²⁻	ClO ₄ ⁻	CN ⁻
IO ₃ ⁻	SiO ₄ ⁴⁻		—

Amostragem e Armazenamento

Coletar amostras em garrafas plásticas ou de vidro que foram limpas com Solução de Ácido Hidroclórico 1:1* e lavadas com água deionizada. Não usar detergentes comerciais contendo fosfato para a limpeza de vidros usados nesta análise.

Analisar as amostras imediatamente para melhores resultados. Se a pronta análise não for possível, conservar as amostras por até 28 dias, ajustando o pH para 2 ou menos com ácido sulfúrico concentrado* (cerca de 2 mL por litro) e armazenar a 4 °C. Aquecer a amostra à temperatura ambiente e neutralizar com Hidróxido de Sódio 5.0 N* antes da análise. Corrigir para as adições de volume.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Limpar os vidros com solução padrão de ácido hidroclórico 1:1. Lavar novamente com água deionizada. Não usar detergentes contendo fosfato para limpar os vidros.
2. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
3. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
4. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
5. Quebrar o gargalo da ampola Voluette 10-mL de solução padrão de fosfato, 500 mg/L como PO₄³⁻.
6. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores* com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente. Misturar bem.
7. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
8. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Usar um padrão de fosfato 50-mg/L em vez da amostra. Executar o procedimento conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de fosfato 50-mg/L na forma de PO₄³⁻, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende da forma química selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

Os fosfatos presentes nas formas orgânicas e inorgânicas condensadas (como meta, piro e outros polifosfatos) devem ser convertidos em ortofosfato reativo no procedimento de fósforo total antes da análise. O tratamento da amostra com ácido e calor oferece as condições para a hidrólise das formas inorgânicas condensadas. Os fosfatos orgânicos são convertidos em ortofosfatos pelo aquecimento com ácido e persulfato.

O ortofosfato reage com o molibdato em um meio ácido para produzir um complexo misto de fosfato/molibdato. Na presença de vanádio, o ácido molibdovanadofosfórico amarelo se forma. A intensidade da cor amarela é proporcional à concentração de fosfato. Os resultados do teste foram medidos a 420 nm.

Fósforo, Total HR (1.0 a 100.0 mg/L PO₄³⁻)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de Reagente Test 'N Tube de Fósforo Faixa Alta Total, inclui:	—	50 tubos	27672-45
(1) Reagente molibdovanadato	0.5 mL	25 mL	20760-26
(1) Pacote de persulfato de potássio em pó	1	50/pc.	20847-66
(1) Solução de hidróxido de sódio, 1.54 N	2 mL	100 mL	27430-42
(1) Tubos do teste de fósforo total ¹	1	50/pc.	—
(2) Água, deionizada	5 mL	100 mL	272-42

¹ Não disponível separadamente.

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Reator DRB200, 110 V, 15 x 16 mm	1	cada	LTV082.53.40001
Reator DRB200, 220 V, 15 x 16 mm	1	cada	LTV082.52.40001
Cortina contra luz		cada	LZV646
Pipeta, TenSette, 1 a 10 mL	1	cada	19700-10
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-10	1	250/pc.	21997-25
Estante de tubos do teste	1-3	cada	18641-00

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de fosfato, ampola Voluette, 500-mg/L como PO ₄ ³⁻ , 10-mL	16/pc.	14242-10
Solução padrão de fosfato, 50-mg/L como PO ₄ ³⁻	500 mL	171-49
Padrão para águas residuais, inorgânicos influentes para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28331-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução de ácido hidrocloreto, 1:1	500 mL	884-49
Hidróxido de sódio, 5.0 N	1000 mL	2450-53
Ácido sulfúrico, concentrado	500 mL	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Manganês

Método 8149

Método PAN 1-(2-Piridilazo)-2-Naftol ¹

Pacotes de reagentes em pó

LR (0.006 a 0.700 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais; a digestão é necessária para determinar o total de manganês.

¹ Adaptado do Goto, K., et al., Talanta, 24, 652-3 (1977)



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Limpar todos os recipientes de vidro com uma solução de ácido nítrico de 1:1. Lavar novamente com água deionizada.

A solução de cianeto alcalino contém cianeto. As soluções de cianeto devem ser coletadas para o descarte como resíduo reativo (D001). Verificar para que as soluções de cianeto estejam armazenadas em solução cáustica com um pH >11 para evitar potencial liberação de gás cianeto de hidrogênio. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

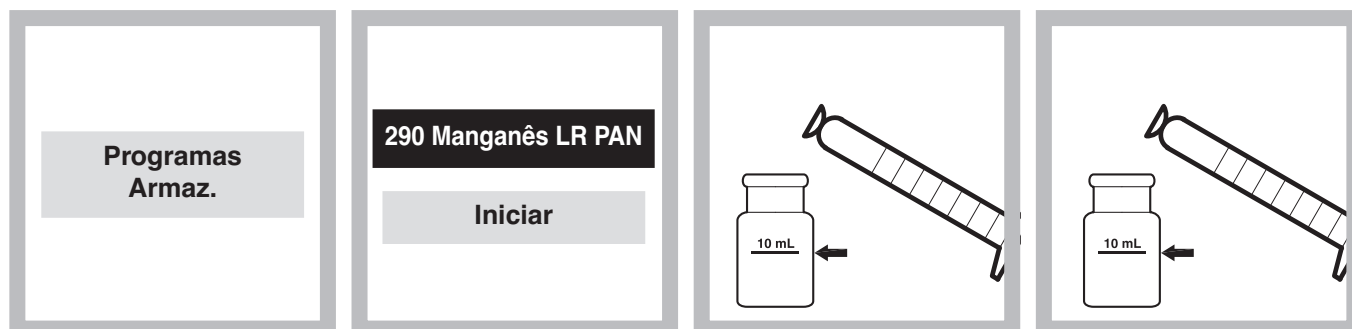
Quantidade

Regente de cianeto alcalino	12 gotas
Pacotes de reagente de ácido ascórbico em pó	2
Solução indicadora PAN, 0.1%	12 gotas
Água deionizada	10 mL
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2
Tampas para tubo de 18 mm	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Pacotes de reagente em pó

Método 8149



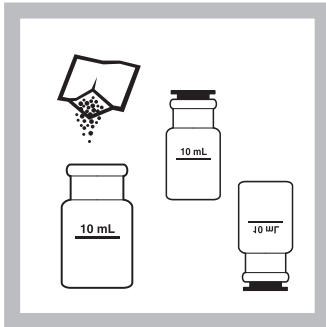
1. Pressionar
PROGRAMAS ARMAZ..

2. Selecionar a análise.

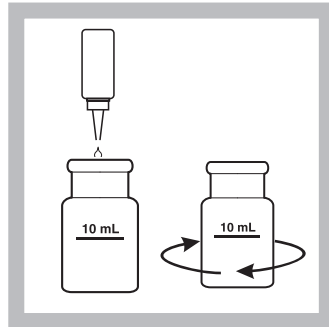
3. **Preparação do branco:** Adicionar 10.0 mL de água deionizada em uma célula de amostra quadrada.

4. **Amostra Preparada:** Adicionar 10.0 mL da amostra em outra célula de amostra quadrada.

Manganês LR (0.006 a 0.700 mg/L)

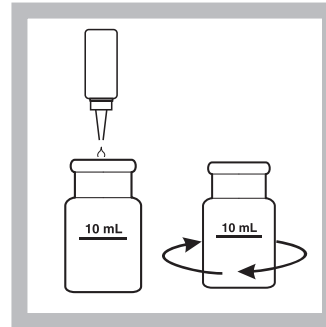


5. Adicionar o conteúdo do pacote de reagente de ácido ascórbico em pó a cada célula. Tampar e inverter várias vezes para dissolver o pó.



6. Adicionar 12 gotas de solução reagente de cianeto alcalino a cada célula. Girar gentilmente para misturar.

Uma solução nebulosa poderá se formar. A turvação deve se dissipar após a etapa 7.



7. Adicionar 12 gotas da solução indicadora PAN, 0.1%, a cada célula de amostra. Girar gentilmente para misturar.

Uma cor laranja se desenvolverá na presença de manganês na amostra.

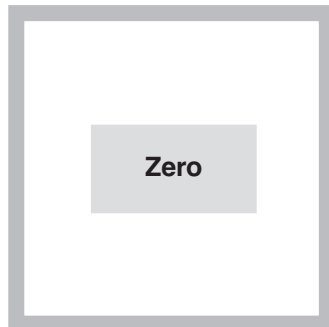


8. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.



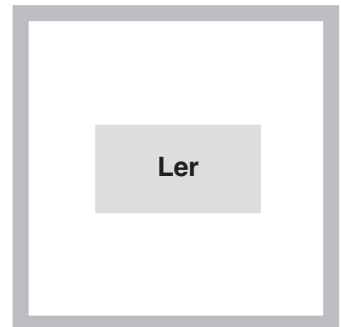
9. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



10. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.000 mg/L Mn



11. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



12. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L Mn.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Alumínio	20 mg/L
Cádmio	10 mg/L
Cálcio	1000 mg/L como CaCO ₃
Cobalto	20 mg/L
Cobre	50 mg/L
Ferro	25 mg/L (Se a amostra contiver mais do que 5 mg/L de ferro, aguardar o período de reação de 10-minutos na etapa 8.)
Chumbo	0.5 mg/L
Magnésio	300 mg/L como CaCO ₃

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis (continuado)

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Níquel	40 mg/L
Zinco	15 mg/L

Para amostras com dureza acima de 300 mg/L CaCO₃, adicionar 10 gotas de solução salina Rochelle à amostra **após** adicionar o pacote de reagente de ácido ascórbico em pó na etapa 5.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de plástico limpos. Ajustar o pH para 2 ou menos com ácido nítrico concentrado* (cerca de 2 mL por litro). As amostras preservadas podem ser armazenadas por no máximo seis meses sob temperatura ambiente. Ajustar o pH entre 4–5 com hidróxido de sódio 5.0 N* antes da análise. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de manganês Voluette, 10-mg/L Mn.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores* com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 5](#).

Manganês LR (0.006 a 0.700 mg/L)

Método de solução padrão

1. Preparar uma solução padrão de manganês a 0.5-mg/L pipetando 2.0 mL de solução padrão de manganês Voluette, 250-mg/L Mn, em um frasco volumétrico de 1000 mL. Diluir até a marca com água deionizada. Esta solução deve ser preparada diariamente. Executar o procedimento para manganês conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES.**
3. Pressionar **LIG.** Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK.** Pressionar **AJUSTAR.**

Resumo do método

O método PAN é um procedimento altamente sensível e rápido para a detecção de baixos níveis de manganês. Um reagente de ácido ascórbico é inicialmente utilizado para reduzir todas as formas oxidadas do manganês em Mn^{2+} . Um reagente de cianeto alcalino é adicionado para mascarar potenciais interferências. O Indicador PAN é então adicionado para combinar com o Mn^{2+} e formar um complexo de coloração alaranjada. Os resultados do teste foram medidos a 560 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de manganês, 10-mL (50 testes), inclui:	—	—	26517-00
Regente de cianeto alcalino	12 gotas	50 mL SCDB	21223-26
Pacotes de reagente de ácido ascórbico em pó	2 pacotes	100/pc.	14577-99
Solução indicadora PAN, 0.1%	12 gotas	50 mL SCDB	21224-26
Água, deionizada	10 mL	4 L	272-56

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02
Tampas para tubo de 18-mm	2	6/pc.	1731-06

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução Padrão de Manganês, 10-mg/L Mn, ampola de 2 mL	20/pc.	26058-20
Solução Padrão de Manganês, 250-mg/L Mn, Voluette ampola de 10-mL	16/pc.	14258-10

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Cilindro, misturador, 25 mL	cada	20886-40
Ácido nítrico, concentrado, 500 mL	—	152-49
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96
Solução salina Rochelle, 29 mL	—	1725-33
Hidróxido de sódio, 5.0 N 100 mL	—	2450-32
Tampas para tubo de 18-mm	25/pc.	1731-25



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrogênio, Amônia

Método 10031

Método de salicilato

Tubos do teste 'N Tube

HR (0.4 a 50.0 mg/L NH₃-N)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Nota importante: Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2 antes de realizar este teste.

Amostras de tamanho pequeno (como 0.1 mL) podem não ser representativas de toda a amostra. Misturar bem a amostra antes de testar ou repetir o teste, coletando amostras de diferentes partes da amostra.

As boas práticas de segurança e técnicas laboratoriais devem ser usadas durante o procedimento. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) para informações específicas sobre o reagente usado.

Coletar os seguintes itens:

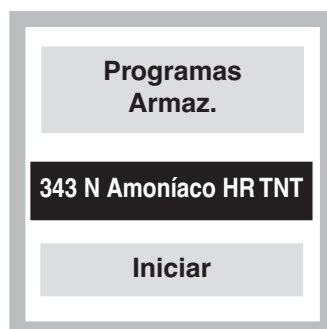
Quantidade

Tubo do teste de alta faixa 'N Tube AmVer Reagente de nitrogênio amônia	2
Cortina contra luz	1
Funil, micro (para adição de reagente)	1
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	1
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette	variável

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 5.

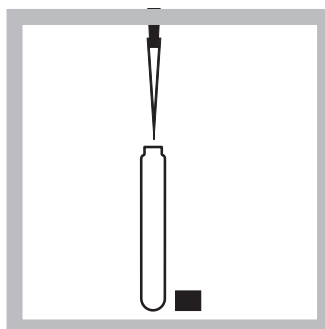
Tubo do teste 'N Tube

Método 10031



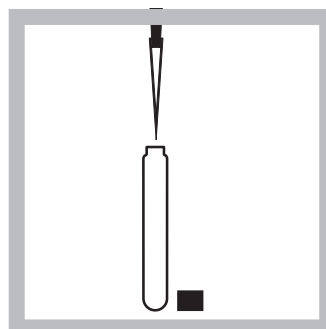
1. Selecionar a análise.

Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2.



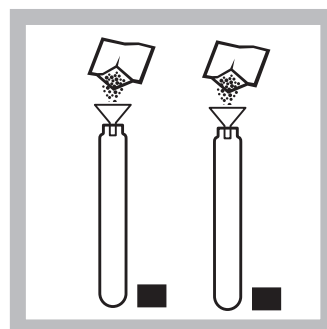
2. **Amostra preparada:**

Adicionar 0.1 mL da amostra em um tubo do teste 'N Tube de reagente diluente AmVer para nitrogênio de amônia de alta faixa.



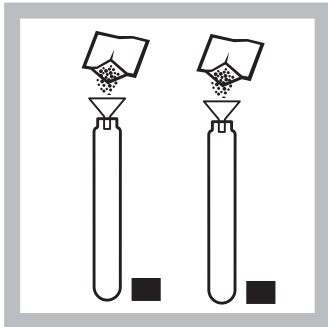
3. **Preparação do**

branco: Adicionar 0.1 mL da água sem nitrogênio em um tubo do teste 'N Tube para reagente diluente AmVer para nitrogênio de amônia de alta faixa.

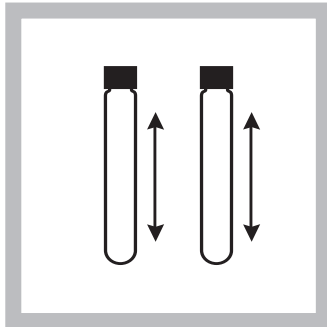


4. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de salicilato de amônia para 5 mL de amostra em cada tubo.

Nitrogênio, Amônia HR (0.4 a 50.0 mg/L NH₃-N)



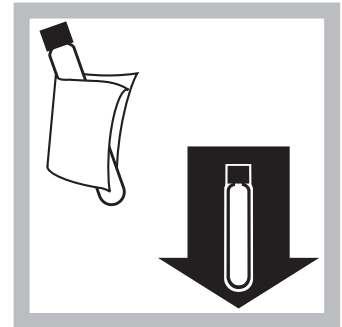
5. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de cianurato de amônia em cada tubo.



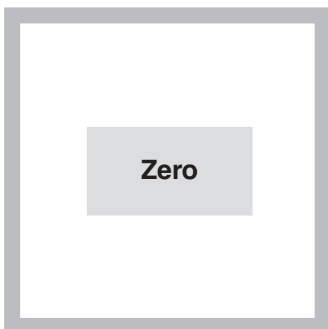
6. Tampas os tubos hermeticamente e agitar vigorosamente para dissolver o pó.



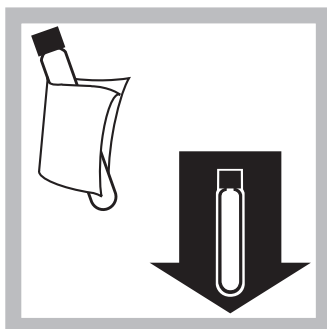
7. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 20 minutos se iniciará.



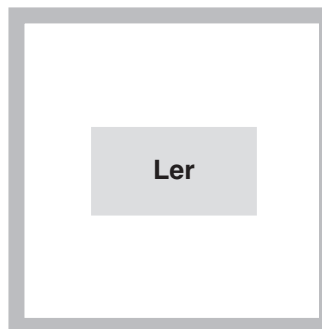
8. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de células de amostra redonda de 16-mm.



9. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.0 mg/L NH₃-N



10. Limpar o tubo da amostra e inseri-lo no suporte de células de amostra redonda de 16-mm.



11. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L NH₃-N.

Interferências

Em alguns ambientes laboratoriais, a contaminação pelo ar do branco pode ocorrer. Completar a preparação do branco antes de abrir ou manusear as amostras ou padrões para evitar a transferência de amônia. Se os recipientes de amostra ou padrão já estiverem abertos, mover para uma área separada do laboratório para preparar o branco.

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Amostras ácidas ou básicas	Ajustar o pH em aproximadamente 7. Usar uma Solução Padrão de hidróxido de sódio 1 N ¹ para amostras ácidas e solução padrão de ácido clorídrico 1 N para amostras básicas.
Cálcio	50,000 mg/L como CaCO ₃ .
Glicina, hidrazina	Causará cores intensas na amostra preparada.
Magnésio	300,000 mg/L como CaCO ₃ .
Monocloramina	A monocloramina presente na água potável cloraminada interfere diretamente em todos os níveis, gerando altos resultados. Usar o Método 10200, Sem Amônia e Monocloramina, para determinar a ausência de amônia nestas matrizes de amostra.

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis (continuado)

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Ferro	Eliminar a interferência de ferro da seguinte forma: <ol style="list-style-type: none"> Determinar a quantidade de ferro presente na amostra usando um dos procedimentos para ferro total. Adicionan a mesma concentração de ferro à água deionizada na etapa 3. A interferência será então eliminada com êxito.
Nitrito	600 mg/L como NO ₂ ⁻ -N
Nitrato	5000 mg/L como NO ₃ ⁻ -N
Ortofosfato	5000 mg/L como PO ₄ ³⁻ -P
Sulfato	6000 mg/L como SO ₄ ²⁻
Sulfeto	O sulfeto intensificará a cor. Eliminar a interferência do sulfeto da seguinte forma: <ol style="list-style-type: none"> Medir cerca de 350 mL de amostra em um frasco Erlenmeyer e 500 mL. Adicionar o conteúdo de um pacote reagente em pó de inibidor de sulfeto¹. Gire para misturar. Filtrar a amostr através do filtro de papel dobrado¹. Usar a solução na etapa 2.
Turvação e cor	Gera valores altos incorretos. As amostras com interferências severas requerem a destilação. O fabricante recomenda o procedimento e destilação usando o Conjunto de Destilação para propósitos gerais.

¹ Consulte Reagentes e aparelhos opcionais na página 5.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Os melhores resultados são obtidos com a análise imediata. Preservar a amostra, reduzindo o pH a 2 ou abaixo com ao menos 2 mL de ácido hidroclicóric. Armazenar em até 4 °C (39 °F). As amostras preservadas podem ser armazenadas por até 28 dias. Aquecer as amostras a temperatura ambiente. Neutralizar o pH em 7.0, com hidróxido de sódio 5.0 N antes da análise. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

- Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
- Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
- Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
- Quebrar o gargalo da ampola padrão de nitrogênio na forma de Amônia PourRite, 150-mg/L NH₃-N.
- Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 25 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.

6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.2 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressione **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Para verificar a precisão, preparar uma solução padrão de nitrogênio amônia de 40.0 mg/L pipetando 20.00 mL de 100-mg/L de padrão de nitrogênio amônia em um frasco volumétrico 50-mL, classe A. Diluir até a marca com água deionizada.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES.**
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

Os compostos de amônia combinam com o cloro para formar a monocloramina. A monocloramina reage com o salicilato para formar 5-aminossalicilato. O 5-aminossalicilato oxida-se na presença de um catalisador de nitroprussida de sódio para formar um composto de coloração azul. A cor azul é mascarada pela cor amarela do reagente em excesso presente, para resultar em uma solução de coloração verde. Os resultados do teste foram medidos a 655 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente, tubo do teste 'N Tube AmVer nitrogênio amônia de faixa alta	50 testes	26069-45

Aparelhos necessários

Descrição	Unidade	No. Cat.
Funil, micro (para adição de reagente)	cada	25843-35
Cortina contra luz	cada	LZV646
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Nitrogênio, solução padrão de amônia, 10-mg/L NH ₃ -N	500 mL	153-49
Nitrogênio, solução padrão de amônia, 100-mg/L NH ₃ -N	500 mL	24065-49
Nitrogênio, solução padrão de amônia, 150-mg/L NH ₃ -N, ampolas PourRite de 10-mL	16/pc.	21284-10
Nitrogênio, solução padrão de amônia, 50-mg/L NH ₃ -N, ampolas Voluette de 10-mL	16/pc.	14791-10
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Água residual, padrão de efluente inorgânico, para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28332-49
Água, deionizada	4 L	272-56

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Cilindros, misturadores	20886-40
Conjunto de destilação, propósito geral	22653-00
Filtro de papel	692-57
Solução padrão de ácido hidrolórico, 1 N	134-49
Solução padrão de hidróxido de sódio, 1 N	1045-32
Pacotes de reagente em pó de inibidor de sulfeto	2418-99



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Método 8039

Método de redução de cádmio

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

HR (0.3 a 30.0 mg/L NO₃⁻-N)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor do reagente branco para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor reagente branco dos resultados finais ou realizar um ajuste de reagente branco.

Um depósito de metal não-oxidado permanecerá após o NitraVer 5 dissolver. O depósito não afetará os resultados.

Este método é sensível à técnica. O tempo de agitação e técnica influenciam no desenvolvimento da cor. Para resultados mais precisos, fazer testes sucessivos em uma solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato 10-mg/L. Ajustar o tempo de agitação e técnica para obter o resultado correto.

Enxaguar a célula de amostra imediatamente após o uso para remover as partículas de cádmio. As amostras preparadas conterão cádmio e devem ser descartadas de acordo com a regulamentação para resíduos perigosos local, estadual e federal. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacote de reagente de nitrato em pó NitraVer 5	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, com tampa	2
Teste AccuVac:	
Ampola AccuVac de reagente de nitrato em pó NitraVer 5	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL, redonda, com tampa	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 7.

Pacotes de reagente em pó

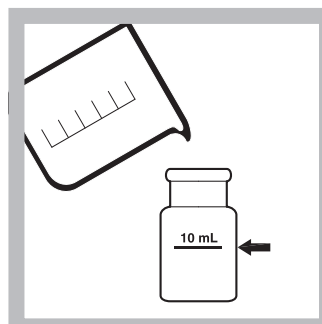
Método 8039



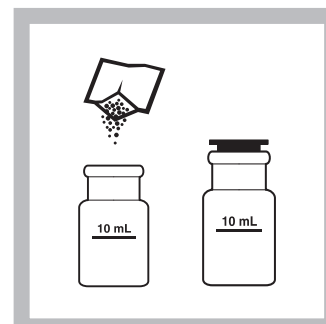
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



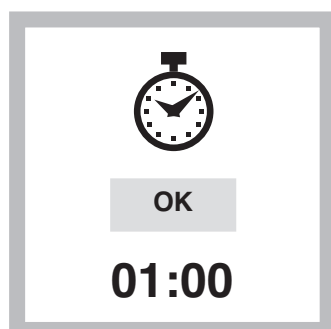
2. Seleccionar a análise.



3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

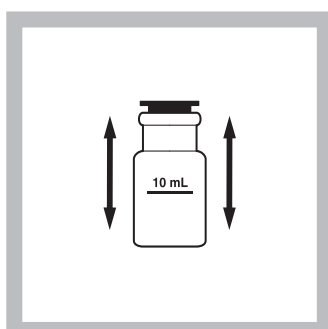


4. **Preparação da amostra:** Adicionar o conteúdo de um pacote de pó reagente em pó de nitrato NitraVer 5. Tampar.

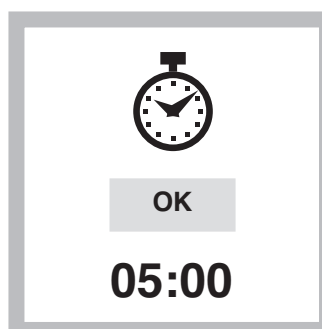


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 1 minuto se iniciará.

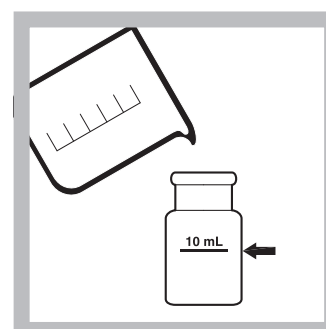


6. Agitar a célula vigorosamente até o temporizador expirar.



7. Quando o temporizador expirar, pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK** novamente. Um período de reação de 5 minutos se iniciará.

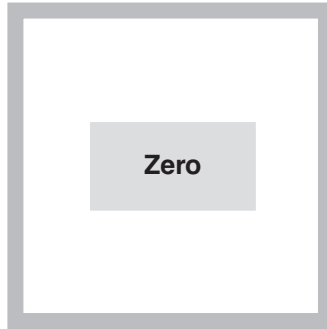
A presença de nitrato é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração âmbar.



8. **Preparação do branco:** Quando o temporizador expirar, encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



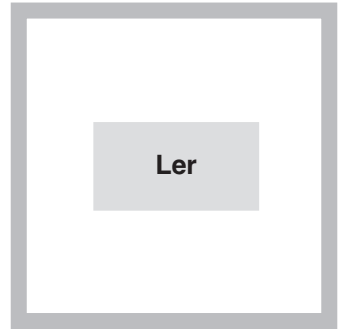
9. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



10. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.0 mg/L NO₃⁻-N



11. Dentro de um minuto após expirar o temporizador, limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



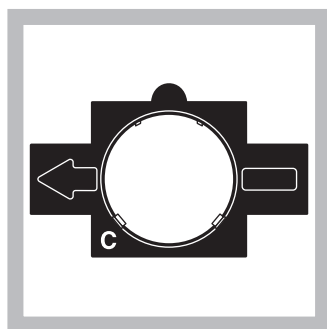
12. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L NO₃⁻-N.

Ampolas AccuVac

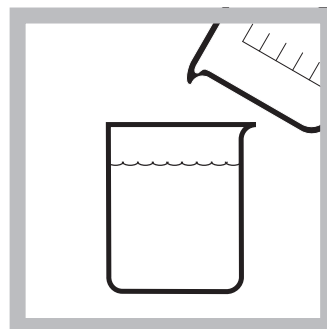
Método 8039



1. Selecionar a análise.



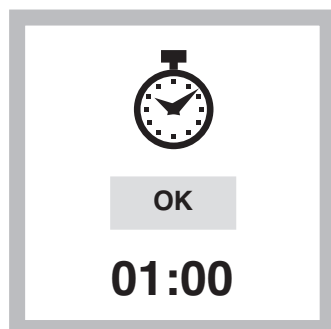
2. Inserir o adaptador C.



3. **Preparação da amostra:** Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL

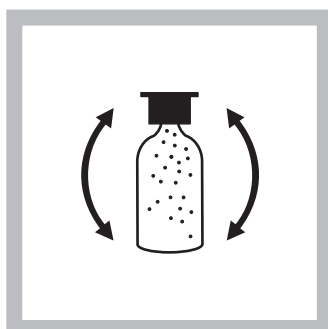


4. Encher uma ampola de nitrato AccuVac NitraVer 5 com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente. Inserir um tampão sobre a ponta da ampola.

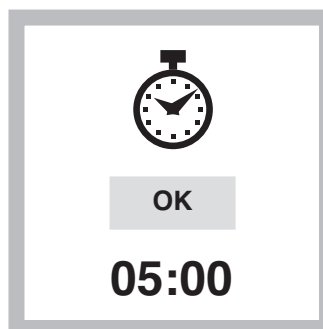


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 1 minuto se iniciará.

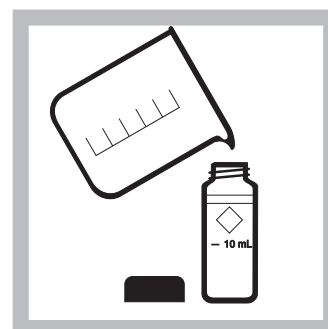


6. Inverter a ampola 48 a 52 vezes por minuto até o temporizador expirar.

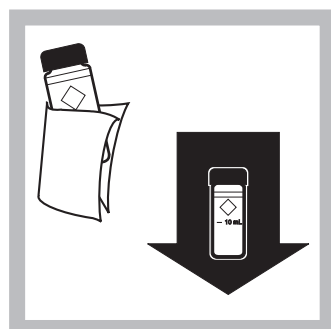


7. Quando o temporizador expirar, pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK** novamente. Um período de reação de 5 minutos se iniciará.

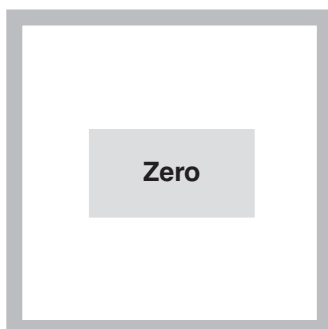
A presença de nitrato é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração âmbar.



8. **Preparação do branco:** Quando o temporizador expirar, encher uma célula redonda com 10 mL de amostra.



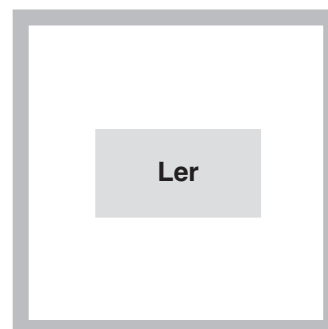
9. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de células de amostra.



10. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.0 mg/L NO₃⁻-N



11. Dentro de um minuto após o temporizador expirar, limpar a ampola e inseri-la suporte de célula de amostra.



12. Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L NO₃⁻-N.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cloreto	As concentrações de cloreto acima de 100 mg/L gerarão resultados baixos. O teste pode ser usado em concentrações com alto teor de cloreto (água do mar), todavia, a calibração deve ser realizada usando padrões contaminados com a mesma concentração de cloreto.
Ferro férrico	Interfere em todos os níveis.
Nitrito	Interfere em todos os níveis. Compensar pela interferência de nitrito da seguinte forma: Antes de executar a <i>etapa 3</i> , adicionar 30-g/L de água de bromo ¹ à gotas à amostra até permanecer uma coloração amarela. Adicionar uma gota de solução Fenol ¹ 30-g/L para destruir a cor. Proceder com a etapa 3. Reportar os resultados na forma de nitrito total e nitrito.
pH	Amostras altamente tamponadas ou pH extremo de amostra pode exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e exigir o pré-tratamento da amostra.
Substâncias de forte oxidação e redução	Interfere em todos os níveis

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 7](#).

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Para obter resultados mais confiáveis, analisar as amostras imediatamente após a coleta. Se a pronta análise for impossível, armazenar as amostras em garrafas plásticas ou de vidro limpas por até 24 horas a 4 °C. Para conservar as amostras por um período mais longo, adicionar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄)* por litro e armazenar a 4 °C.

Antes da análise, aquecer a amostra até a temperatura ambiente e ajustar o pH em 7 com solução padrão de hidróxido de sódio* 5.0 N. Não usar compostos de mercúrio como conservantes. Corrigir o resultado do teste para as adições de volume, dividindo o volume total (ácido + base + amostra) pelo volume de amostra original e multiplicar o resultado do teste por este fator.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de nitrogênio na forma de nitrito Voluette, 250-mg/L NO₂⁻-N.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 7](#).

5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três células de amostra* com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.

***Nota:** Para ampolas AccuVac, encher três cilindros misturadores* com 50 mL da amostra e contaminar com 0.4 mL, 0.8 mL e 1.2 mL do padrão. Transferir 40 mL de cada um dos três cilindros para três béqueres* de 50-mL. Analisar cada amostra de adição de padrão conforme descrito acima. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.*

7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Para testar a precisão, usar uma solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato 10.0 mg/L em vez da amostra e realizar o procedimento conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende das formas químicas selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

O metal cádmio reduz os nitratos na amostra para nitrito. O íon de nitrito reage em meio ácido com ácido sulfanílico para formar um sal de diazônio intermediário. O sal acopla com o ácido gentísico para formar uma solução de coloração âmbar. Os resultados do teste foram medidos a 500 nm.

* Consulte Reagentes e aparelhos opcionais na página 7.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de nitrato em pó NitraVer 5 (para amostra de 10 mL)	1	100/pc.	21061-69
Ou			
Ampola AccuVac de reagente de nitrato em pó NitraVer 5	1	25/pc.	25110-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02
Tampa, neoprene, sólida, tamanho n°. 2	2	12/pc.	14808-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10 mL, com tampa	1	cada	21228-00

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato, 10.0-mg/L NO ₃ ⁻ -N	500 mL	307-49
Ampola de solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato, 250-mg/L NO ₃ ⁻ -N	16/pc.	25577-10
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Padrão influente de água residual, parâmetro misto, para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28331-49
Água, deionizada	4 L	272-56

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Água de bromo	2211-20
Cilindro misturador, 50 mL	20886-41
Solução de fenol	2112-20
Solução padrão de hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-26
Ácido sulfúrico, concentrado	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrato

Método 8192

Pacotes de reagentes em pó

Método de redução de cádmio

LR (0.01 a 0.50 mg/L NO₃⁻-N)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor do reagente branco para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor reagente branco dos resultados finais ou realizar um ajuste de reagente branco.

Um depósito de metal não-oxidado permanecerá após o NitraVer 6 dissolver. O depósito não afetará os resultados.

O tempo de agitação e técnica influenciam no desenvolvimento da cor. Analisar uma solução padrão diversas vezes e ajustar o tempo de agitação para obter o resultado correto. Utilizar este tempo para analisar as amostras.

Enxaguar a célula de amostra e Proveta imediatamente após o uso para remover as partículas de cádmio.

Descartar adequadamente a amostra usada. As amostras preparadas conterão cádmio e devem ser descartadas de acordo com a regulamentação para resíduos perigosos local, estadual e federal. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

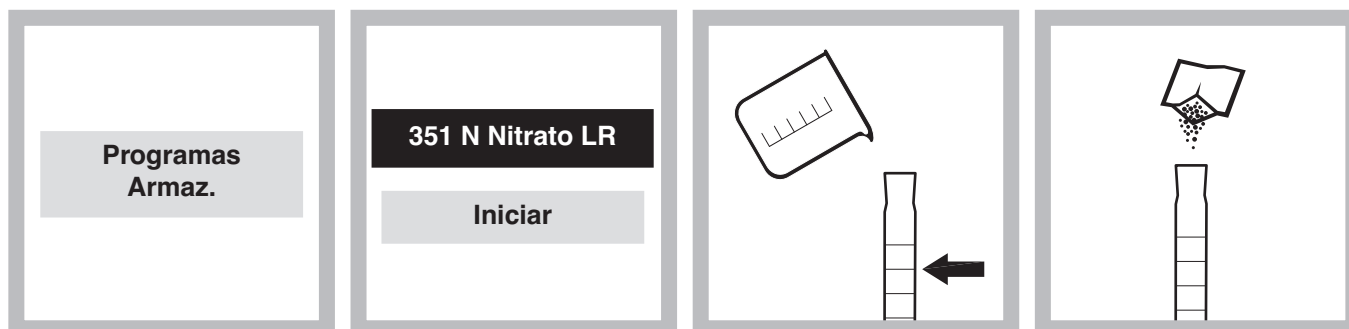
Quantidade

Pacote de reagente de nitrato em pó NitraVer 6	1
Pacote de reagente de nitrito em pó NitraVer 3	1
Cilindro, graduado misturador, 25-mL	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontra-se na página 5.

Pacotes de reagente em pó

Método 8192

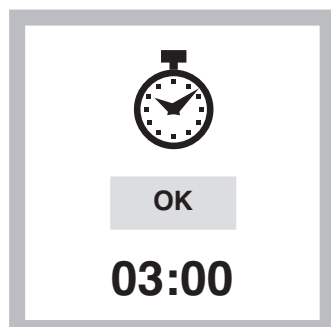


1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**

2. Selecionar a análise.

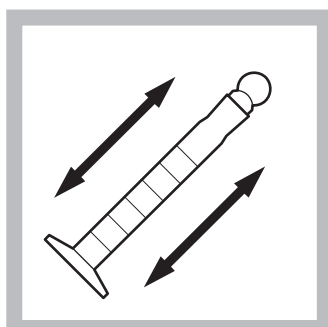
3. Encher um cilindro graduado de 25-mL com 15 mL da amostra.

4. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente NitraVer 6 ao cilindro. Tampar.

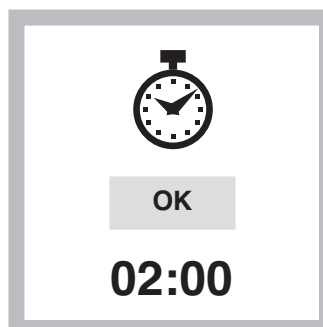


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 3 minutos se iniciará.

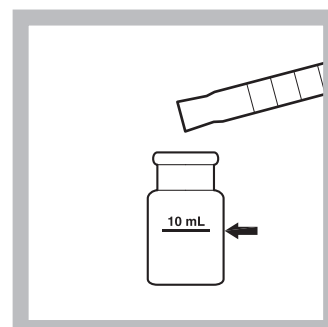


6. Agitar o cilindro vigorosamente durante o período de três minutos no temporizador.

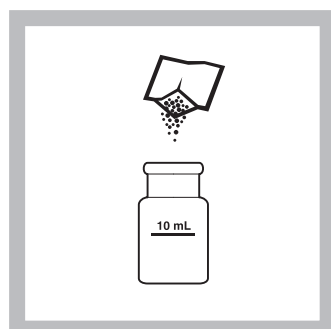


7. Quando o temporizador expirar, pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK** novamente.

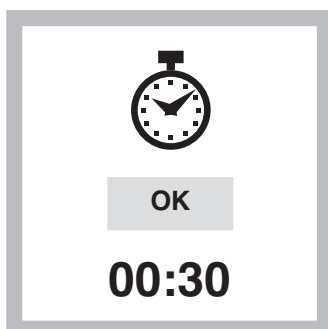
Um período de reação de 2 minutos se iniciará.



8. Quando o temporizador expirar, adicionar cuidadosamente 10 mL da amostra em uma célula de amostra quadrada limpa. Não transferir partículas de cádmio para a célula.

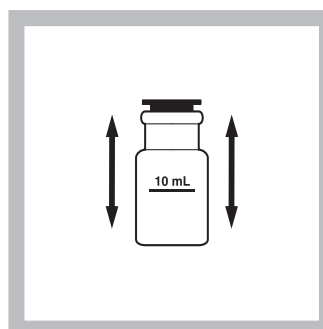


9. **Preparação da amostra:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em de nitrito NitriVer 3 à célula de amostra.



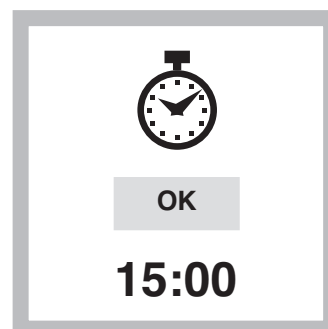
10. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 30 segundos se iniciará.



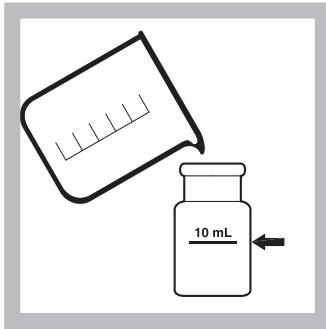
11. Agitar a célula de amostra gentilmente por 30 segundos conforme o temporizador.

A presença de nitrato é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração rosa.



12. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

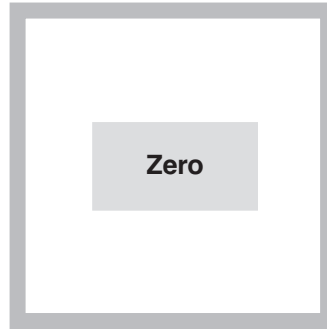
Um período de reação de 15 minutos se iniciará.



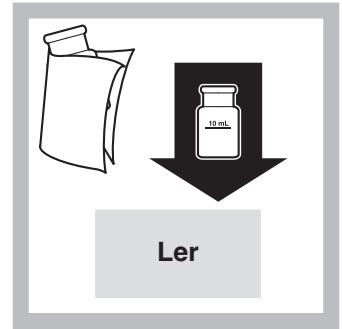
13. Preparação do branco: Quando o temporizador expirar, encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



14. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



15. Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.00 mg/L NO₃⁻-N



16. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L NO₃⁻-N.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cálcio	100 mg/L
Cloreto	As concentrações de cloreto acima de 100 mg/L gerarão resultados baixos. O teste pode ser usado em concentrações com alto teor de cloreto (água do mar), todavia, a calibração deve ser realizada usando padrões contaminados com a mesma concentração de cloreto.
Ferro férrico	Todos os níveis
Nitrito	Todos os níveis: Este método mede tanto o nitrato como o nitrito presentes na amostra. Na presença de nitrito, o teste de nitrogênio na forma de nitrito (Programa N°. 371) deve ser realizado na amostra. Pré-tratar a amostra de nitrogênio na forma de nitrato com o seguinte pré-tratamento. Depois subtrair a quantidade de nitrito encontrada dos resultados do teste de nitrogênio na forma de nitrato LR. Adicionar 30-g/L de água de bromo ¹ em gotas à amostra na etapa 4 até permanecer uma coloração amarela. Misturar após cada gota. Adicionar uma gota de solução Fenol ¹ 30-g/L para destruir a cor. Proceder com o procedimento para nitrato LR.
pH	Amostras altamente tamponadas ou pH extremo de amostra podem exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e exigir o pré-tratamento da amostra.
Substâncias de forte oxidação e redução	Interfere em todos os níveis.

¹ Consulte Reagentes e aparelhos opcionais na página 5.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Para obter resultados mais confiáveis, analisar as amostras imediatamente após a coleta. Se não for possível realizar a análise imediatamente, armazenar as amostras em garrafas plásticas ou de vidro limpas por até 48 horas a 4 °C. Para conservar as amostras por um período mais longo, adicionar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado* por litro e armazenar a 4 °C.

Antes da análise, aquecer a amostra até a temperatura ambiente e ajustar o pH em 7 com solução padrão de hidróxido de sódio* 5.0 N. Não usar compostos de mercúrio como conservantes. Corrigir o resultado do teste para as adições de volume, dividindo o volume total (ácido + base + amostra) pelo volume de amostra original e multiplicar o resultado do teste por este fator.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de nitrogênio na forma de nitrato Voluette, 12.0 mg/L NO₃⁻-N*.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores* com 15 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressione **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Para testar a precisão, usar uma solução padrão de NO₃⁻-N 0.40 mg/L em vez da amostra e realizar o procedimento conforme descrito acima. Preparar este padrão diluindo 4.00 mL de uma solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato a 10-mg/L em 100.0 mL de água deionizada.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

* Consulte Reagentes e aparelhos opcionais na página 5.

Resumo do método

O metal cádmio reduz os nitratos na amostra para nitrito. O íon de nitrito reage com em meio ácido com ácido sulfanílico para formar um sal de diazônio intermediário. O sal se une ao ácido cromotrópico para formar um produto de coloração rósea. Os resultados do teste foram medidos a 507 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de nitrato de faixa baixa (100 testes), inclui:	—	—	24298-00
Pacotes de reagente de nitrato em pó NitraVer 6	1	100/pc.	21072-49
Pacotes de reagente de nitrito em pó NitriVer 3	1	100/pc.	21071-69

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Cilindro, graduado misturador, 25-mL	1	cada	20886-40
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Frasco, volumétrico, Classe A, 100-mL	cada	14574-42
Solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato, 10.0-mg/L NO ₃ ⁻ -N	500 mL	307-49
Ampola Voluette de solução padrão de nitrogênio na forma de nitrato, 12-mg/L NO ₃ ⁻ -N	16/pc.	14333-10
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Pipeta, volumétrica, Classe A, 4.00 mL	cada	14515-04
Água, deionizada	4 L	272-56

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Água de bromo, 30 g/L	2211-20
Solução de fenol, 30 g/L	2112-20
Solução padrão de hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-53
Ácido sulfúrico, concentrado	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrogênio, Total

Método 10072

Método de digestão com persulfato

Tubos do teste 'N Tube

H (2 a 150 mg/L N)

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Nota importante: Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2 antes de realizar este teste.

A determinação do nitrogênio total requer a prévia digestão.

Este método é sensível à técnica. Inverter os tubos conforme descrito para evitar resultados insatisfatórios: Segure o tubo na posição vertical com a tampa apontada para cima. Virar o tubo de cabeça para baixo. Aguardar até que toda a solução flua para a tampa. Pausar. Retornar o tubo na posição vertical. Aguardar até que toda a solução flua para o fundo do tubo. Este processo equivale a uma inversão.

Se o teste exceder os limites, repetir a digestão e medir com amostra diluída. A digestão deve ser repetida para obter resultados precisos.

Usar a água deionizada fornecida no conjunto de reagente ou água sem componentes orgânicos para preparar os padrões e executar o procedimento.

Coletar os seguintes itens:

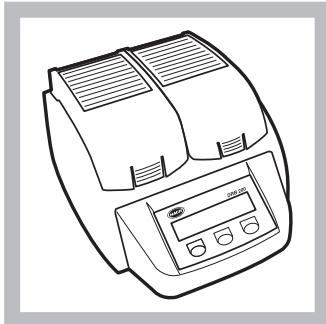
Quantidade

Tubo do teste 'N Tube Conjunto de reagente de nitrogênio total HR	1
Reator DRB200	1
Funil, micro	1
Cortina contra luz	1
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL mais ponteiras	1
Pipeta, TenSette, 1.0 a 10.0 mL mais ponteiras	1
Estante de resfriamento para tubos do teste	1-3

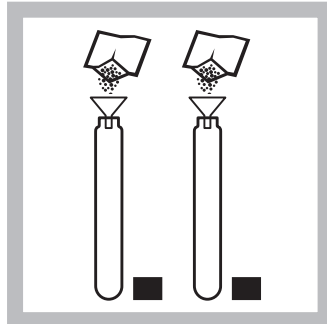
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 7.

Tubo do teste 'N Tube

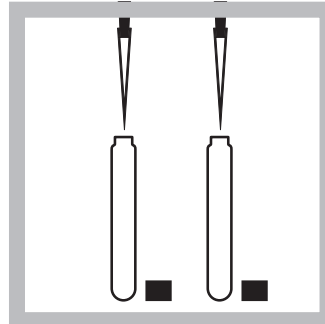
Método 10072



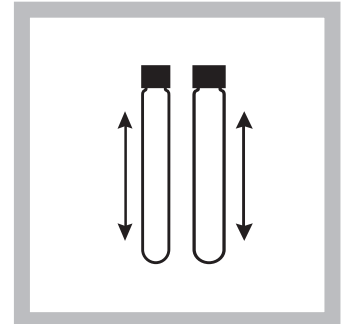
1. Ligar o Reator DRB200 e aquecer a 105 °C.



2. Usar um funil, adicionar o conteúdo do Pacote de Reagente em Pó de Persulfato de Nitrogênio Total em cada um dos dois tubos de Reagente por Digestão com Hidróxido de Nitrogênio Total HR. Limpar os resíduos de reagente que possam estar na tampa ou na rosca do tubo.



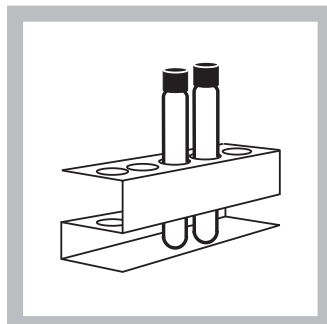
3. Adicionar 0.5 mL da amostra em um tubo (esta é a amostra preparada). Adicionar 0.5 mL de água deionizada incluída no kit em um segundo tubo (este é o branco do reagente). Usar apenas água livre de espécies que contêm nitrogênio como um substituto para a água deionizada dada.



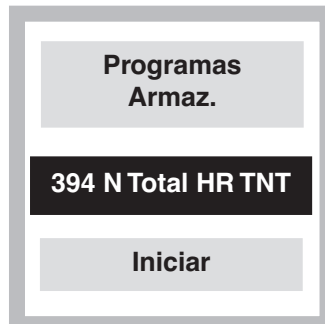
4. Tampar ambos os tubos. Agitar vigorosamente por no mínimo 30 segundos para misturar. O reagente de persulfato pode não dissolver totalmente após a agitação. Isso não afetará a precisão.



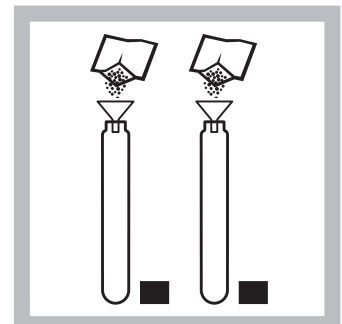
5. Inserir os tubos no reator. Aquecer por exatamente 30 minutos.



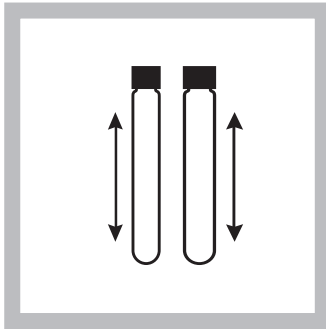
6. Usando protetores de dedo, remover imediatamente os tubos quentes do reator. Resfriar os tubos a temperatura ambiente.



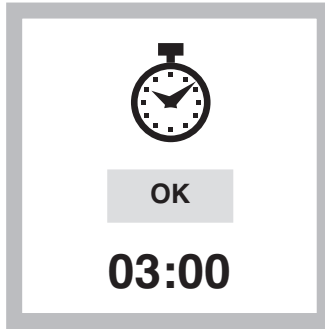
7. Selecionar a análise. Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2.



8. Remover as tampas dos tubos digeridos e adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó A de nitrogênio total (TN) em cada tubo.

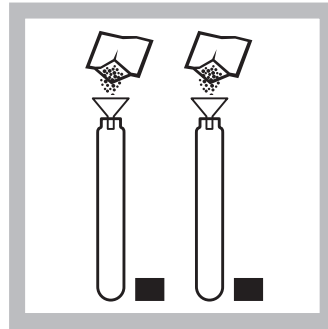


9. Tampar os tubos e agitar por 15 segundos.

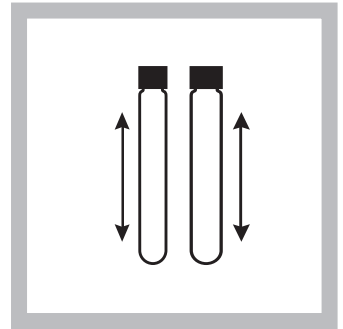


10. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 3 minutos se iniciará.



11. Após o temporizador expirar, remover as tampas dos tubos e adicionar um pacote de reagente B TN em cada tubo.

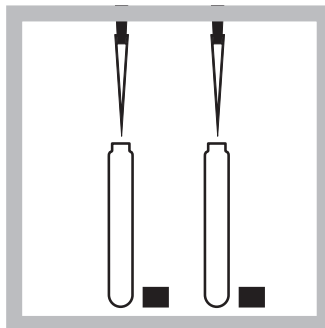


12. Tampar os tubos e agitar por 15 segundos. O reagente não dissolverá completamente. Isso não afetará a precisão. A solução ficará amarela.

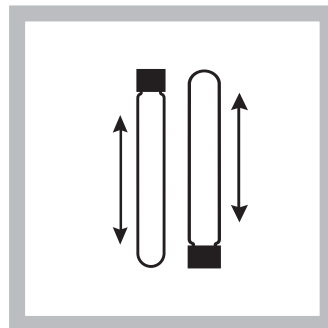


13. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.



14. Após expirar o temporizador, remover as tampas dos dois tubos de reagente C TN e adicionar 2 mL da amostra digerida, tratada em um tubo. Adicionar 2 mL de branco reagente digerido, tratado ao segundo tubo C de reagente TN.



15. Tampar os tubos e inverter dez vezes para misturar. Usar inversões lentas e deliberadas para total recuperação.

Os tubos ficarão quentes ao toque.



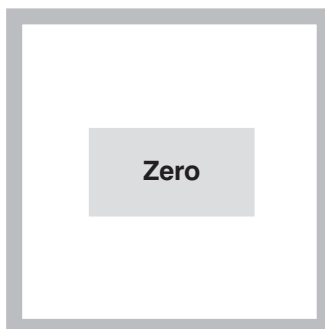
16. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 5 minutos se iniciará.

A cor amarela se intensificará.



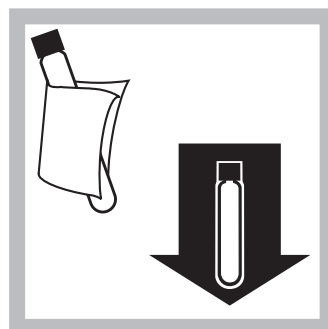
17. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra redonda de 16-mm.



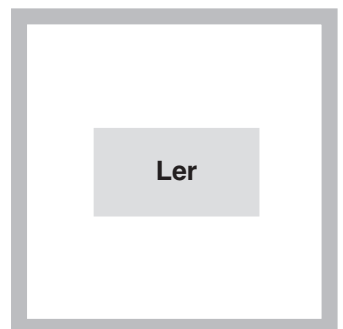
18. Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.0 mg/L N



19. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra redonda de 16-mm.



20. Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L N.

Branco para medição colorimétrica

O branco do reagente pode ser usado por sete dias para medições usando o mesmo lote de reagentes. Armazenar o branco em local escuro, sob temperatura ambiente (18–25 °C). Se uma pequena quantidade de flocos brancos aparecer antes do término de uma semana, descartar o branco do reagente e preparar uma nova porção.

Interferências

As substâncias na [Tabela 1](#) foram testadas e não causam interferência até os níveis indicados (em mg/L). Substâncias interferentes que resultaram em uma alteração de concentração de $\pm 10\%$ aparecem na [Tabela 2](#).

Tabela 1 Substâncias não-interferentes

Substância	Nível máximo testado
Bário	10.4 mg/L
Cálcio	1200 mg/L
Cromo (3+)	2 mg/L
Ferro	8 mg/L
Chumbo	26.4 $\mu\text{g/L}$
Magnésio	2000 mg/L
Carbono orgânico	600 mg/L
pH	13 unidades pH
Fósforo	400 mg/L
Sílica	600 mg/L
Prata	3.6 mg/L
Estanho	6 mg/L

Tabela 2 Substâncias Interferentes

Substância	Nível e Efeito
Brometo	> 240 mg/L; interferência positiva
Cloreto	> 3000 mg/L; interferência positiva

Este teste realizado com soluções padrão de nitrogênio preparada a partir dos seguintes compostos obtiveram 95% de recuperação:

- Cloreto de amônio
- Sulfato de amônio
- Acetato de amônio
- Uréia
- Glicina

As adições de cloreto de amônio e PTSA nicotínico em aluentes, efluentes domésticos e a especificação da norma ASTM para água residual substituta (D 5905-96) também resultou em $\geq 95\%$ de recuperação.

As grandes quantidades de compostos orgânicos livres de nitrogênio em algumas amostras podem reduzir a eficácia da digestão pelo consumo parcial do reagente de persulfato.

Amostras que contêm altos níveis de compostos orgânicos devem ser diluídas e re-testadas para verificar a eficácia da digestão.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Os melhores resultados são obtidos com a análise imediata.

Preservar a amostra, reduzindo o pH a 2 ou abaixo com ácido sulfúrico (ao menos 2 mL/L) concentrado. Armazenar em até 4 °C (39 °F). As amostras preservadas podem ser armazenadas por até 28 dias. Aquecer as amostras a temperatura ambiente e neutralizar com Hidróxido de Sódio 5 N antes da análise. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

Este método geralmente resulta em 95–100% de recuperação dos padrões de nitrogênio orgânico. Um conjunto de três padrões primários de nitrogênio Kjeldahl está disponível para teste de precisão.

1. Preparar uma ou mais das três soluções a seguir. Cada preparação equivale a 120 mg/L de padrão de N. Usar a água deionizada incluída no kit ou água livre de espécies orgânicas ou que contêm nitrogênio.
 - a. Pesar 1.6208 g de p-Toluenossulfonato de amônio (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca dos 1000-mL.
 - b. Pesar 2.1179 g de p-Toluenossulfonato de glicina (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca de 1000-mL.
 - c. Pesar 2.5295 g de p-Toluenossulfonato de nicotínico (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca de 1000-mL.
2. Analisar cada uma destas soluções usando o procedimento de teste acima descrito. Calcular o percentual de recuperação para cada solução usando esta fórmula:

$$\% \text{ recuperação} = \frac{\text{concentração medida}}{25(120)} \times 100$$

O percentual de recuperação deve ser:

Tabela 3 % Recuperação

Composto	Menor % recuperação esperado
PTSA de amônio	95%
PTSA de glicina	95%
PTSA nicotínico	95%

Os analistas descobriram que o PTSA amoniaco é o mais difícil de digerir. Outros compostos podem resultar em percentuais de recuperação diferentes.

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 25 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette Pipetar para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de solução padrão de nitrogênio amônia, 1000-mg/L na forma de $\text{NH}_3\text{-N}$, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
5. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
6. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Para prova de precisão, substituir 0.5 mL de uma solução padrão de nitrogênio amônia 100-mg/L pela amostra neste procedimento.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 100-mg/L N, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende das formas químicas selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual. Pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

Uma digestão por persulfato alcalino converte todas as formas de nitrogênio em nitrato. O metabissulfato de sódio é adicionado após a digestão para eliminar interferências por óxido de halogênio. O nitrato então reage com o ácido cromotrópico sob fortes condições ácidas para formar um complexo amarelo com absorvência máxima a 410 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Unidade	No. Cat.
Tubo do teste 'N Tube Conjunto de reagente de nitrogênio total HR	50 tubos	27141-00

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Reator DRB200, 110 V, 15 x 16 mm	1	cada	LTV082.53.40001
Reator DRB200, 220 V, 15 x 16 mm	1	cada	LTV082.52.40001
Funil, micro	1	cada	25843-35
Cortina contra luz		cada	LZV646
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL	1	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	2	50/pc.	21856-96
Pipeta, TenSette, 1.0 a 10.0 mL	1	cada	19700-10
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-10	2	50/pc.	21997-96
Estante de resfriamento para tubos do teste	1-3	cada	18641-00

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de nitrogênio na forma de amônio, 1000-mg/L NH ₃ -N	1 L	23541-53
Solução padrão de nitrogênio na forma de amônio, 100-mg/L NH ₃ -N	500 mL	24065-49
Balança, analítica, SA80, 115 VCA	cada	28014-01
Cilindro, misturador com tampa, 25 mL	cada	20886-40
Frasco, volumétrico, Classe A, 1000 mL	cada	14574-53
Ponteiras de pipeta para 19700-01	1000/pc.	21856-28
Ponteiras de pipeta para 19700-10	250/pc.	21997-25
Conjunto de padrão primário, para nitrogênio Kjeldahl	conjunto de 3	22778-00
Hidróxido de sódio, 5 N	50 mL	2450-26
Ácido sulfúrico	500 mL	979-49
Padrão para águas residuais com compostos inorgânicos para NH ₃ -H, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28331-49
Água, deionizada	500 mL	272-49
Água, sem componentes orgânicos	500 mL	26415-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrogênio, Total

Método 10071

Método de digestão com persulfato

Tubos do teste 'N Tube

LR (0.5 a 25.0 mg/L N)

Escopo e Aplicação: Para água e águas residuais



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Nota importante: Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2 antes de realizar este teste.

A determinação do nitrogênio total requer a prévia digestão.

Este método é sensível à técnica. Inverter os tubos conforme descrito para evitar resultados insatisfatórios: Segure o tubo na posição vertical com a tampa apontada para cima. Virar o tubo de cabeça para baixo. Aguardar até que toda a solução flua para a tampa. Pausar. Retornar o tubo na posição vertical. Aguardar até que toda a solução flua para o fundo do tubo. Este processo equivale a uma inversão.

Se o teste exceder os limites, repetir a digestão e medir com amostra diluída. A digestão deve ser repetida para obter resultados precisos.

Usar a água deionizada fornecida no conjunto de reagente ou água sem componentes orgânicos para preparar os padrões e executar o procedimento.

Coletar os seguintes itens:

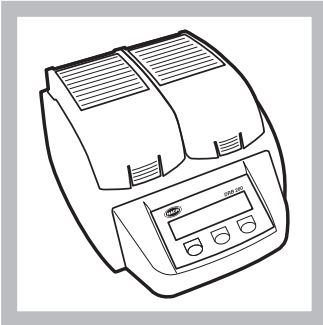
Quantidade

Tubo do teste 'N Tube	1
Conjunto de reagente de nitrogênio total LR	1
Reator DRB200	1
Funil, micro	1
Cortina contra luz	1
Pipeta, TenSette, 1.0 a 10.0 mL mais ponteiras	1
Estante de resfriamento para tubos do teste	1-3

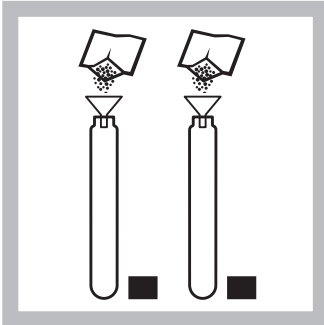
Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 7.

Tubo do teste 'N Tube

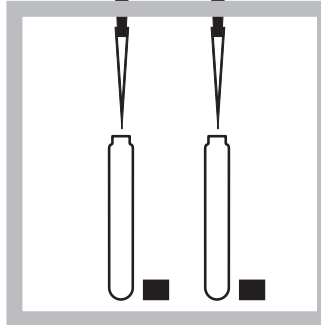
Método 10071



1. Ligar o Reator DRB200 e aquecer a 105 °C.



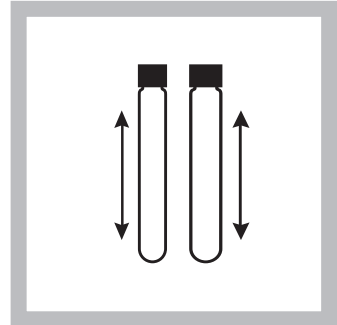
2. Usar um funil, adicionar o conteúdo do Pacote de Reagente em Pó de Persulfato de Nitrogênio Total em cada um dos dois frascos de Reagente por Digestão com Hidróxido de Nitrogênio Total. Limpar os resíduos de reagente que possam estar na tampa ou na rosca do tubo.



3. **Amostra preparada:** Adicionar 2 mL da sample em um tubo.

Preparação do branco: Adicionar 2 mL de água deionizada incluído no kit em um segundo tubo.

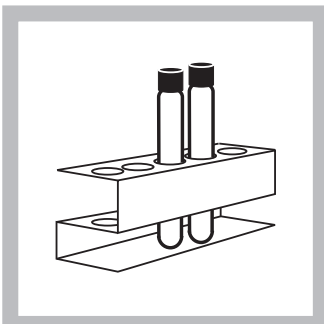
Nota: Usar apenas água livre de espécies que contém nitrogênio como um substituto para a água deionizada dada.



4. Tampar ambos os tubos. Agitar vigorosamente por no mínimo 30 segundos para misturar. O reagente de persulfato pode não dissolver totalmente após a agitação. Isso não afetará a precisão.



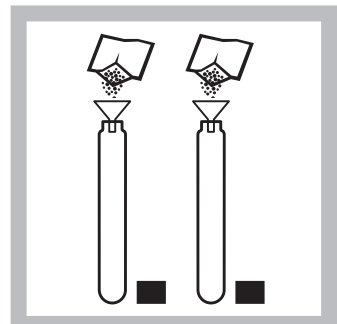
5. Inserir os tubos no reator. Aquecer por exatamente 30 minutos.



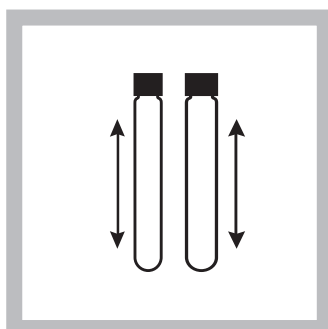
6. Usando protetores de dedo, remover imediatamente os tubos quentes do reator. Resfriar os tubos a temperatura ambiente.



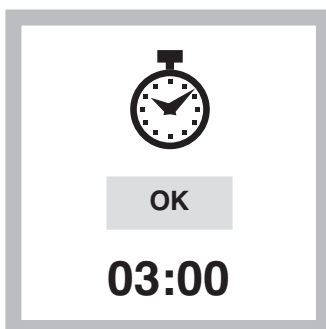
7. Selecionar a análise. Instalar a cortina contra luz no Compartimento de Célula nº 2.



8. Remover as tampas dos tubos digeridos e adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó A de nitrogênio total (TN) em cada tubo.

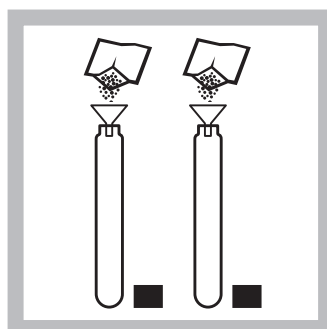


9. Tampar os tubos e agitar por 15 segundos.

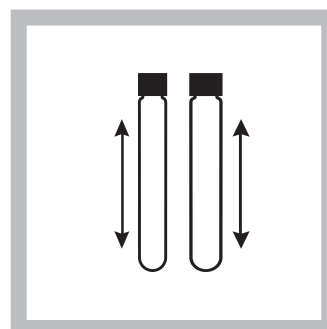


10. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

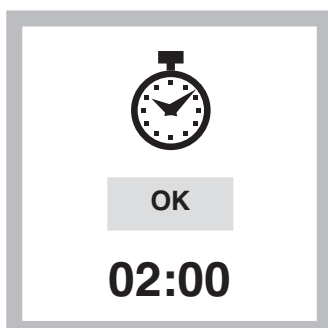
Um período de reação de 3 minutos se iniciará.



11. Após o temporizador expirar, remover as tampas dos tubos e adicionar um pacote de reagente B TN em cada tubo.

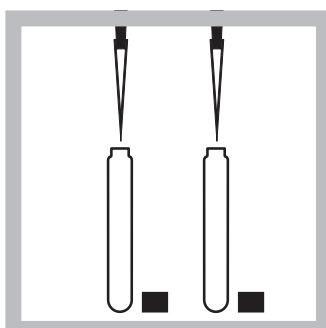


12. Tampar os tubos e agitar por 15 segundos. O reagente não dissolverá completamente. Isso não afetará a precisão. A solução ficará amarela.

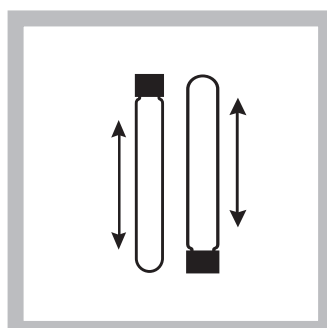


13. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.

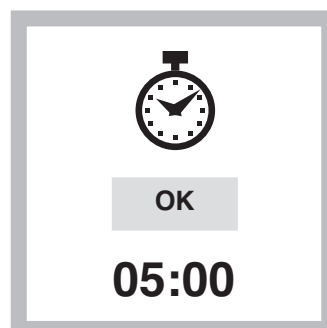


14. Após expirar o temporizador, remover as tampas dos dois tubos de reagente C TN e adicionar 2 mL da amostra digerida, tratada em um tubo. Adicionar 2 mL de branco reagente digerido, tratado ao segundo tubo C de reagente TN.



15. Tampar os tubos e inverter dez vezes para misturar. Usar inversões lentas e deliberadas para total recuperação.

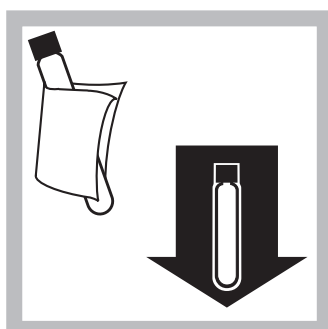
Os tubos ficarão quentes ao toque.



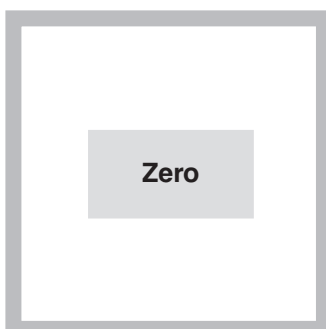
16. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 5 minutos se iniciará.

A cor amarela se intensificará.



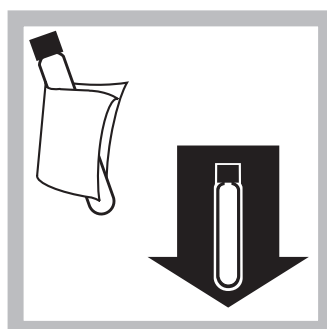
17. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de células de amostra redonda de 16-mm.



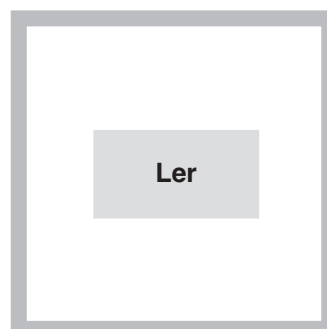
18. Pressionar **ZERO**.

O mostrador exibirá:

0.0 mg/L N



19. Limpar o tubo de amostra e inseri-lo no suporte de células de amostra redonda de 16-mm.



20. Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L N.

Brancos para medição colorimétrica

O branco do reagente pode ser usado por sete dias para medições usando o mesmo lote de reagentes. Armazenar o branco em local escuro, sob temperatura ambiente (18–25 °C). Se uma pequena quantidade de flocos brancos aparecer antes do término de uma semana, descartar o branco do reagente e preparar uma nova porção.

Interferências

As substâncias na [Tabela 1](#) foram testadas e não causam interferência até os níveis indicados (em mg/L). Substâncias interferentes que resultaram em uma alteração de concentração de $\pm 10\%$ aparecem na [Tabela 2](#).

Tabela 1 Substâncias não-interferentes

Substância	Nível máximo testado
Bário	2.6 mg/L
Cálcio	300 mg/L
Cromo (3+)	0.5 mg/L
Ferro	2 mg/L
Chumbo	6.6 $\mu\text{g/L}$
Magnésio	500 mg/L
Carbono orgânico	150 mg/L
pH	13 unidades pH
Fósforo	100 mg/L
Sílica	150 mg/L
Prata	0.9 mg/L
Estanho	1.5 mg/L

Tabela 2 Substâncias Interferentes

Substância	Nível e Efeito
Brometo	> 60 mg/L; interferência positiva
Cloreto	> 1000 mg/L; interferência positiva

Este teste realizado com soluções padrão de nitrogênio preparada a partir dos seguintes compostos obtiveram 95% de recuperação:

- Cloreto de amônio
- Sulfato de amônio
- Acetato de amônio
- Uréia
- Glicina

As adições de cloreto de amônio e PTSA nicotínico em aluentes, efluentes domésticos e a especificação da norma ASTM para água residual substituta (D 5905-96) também resultou em $\geq 95\%$ de recuperação.

As grandes quantidades de compostos orgânicos livres de nitrogênio em algumas amostras podem reduzir a eficácia da digestão pelo consumo parcial do reagente de persulfato.

Amostras que contêm altos níveis de compostos orgânicos devem ser diluídas e re-testadas para verificar a eficácia da digestão.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Os melhores resultados são obtidos com a análise imediata.

Preservar a amostra, reduzindo o pH a 2 ou abaixo com ácido sulfúrico (ao menos 2 mL/L) concentrado. Armazenar em até 4 °C (39 °F). As amostras preservadas podem ser armazenadas por até 28 dias. Aquecer as amostras a temperatura ambiente e neutralizar com Hidróxido de Sódio 5 N antes da análise. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

Este método geralmente resulta em 95–100% de recuperação dos padrões de nitrogênio orgânico. Para comprovação da precisão, usar os Padrões Primários para Nitrogênio Kjeldahl.

1. Preparar uma ou mais das três soluções a seguir. Cada preparação equivale a 25-mg/L de padrão de N. Usar a água deionizada incluída no kit ou água livre de espécies orgânicas ou que contêm nitrogênio.
 - a. Pesar 0.3379 g de p-Toluenossulfonato de amônio (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca dos 1000-mL.
 - b. Pesar 0.4416 g de p-Toluenossulfonato de glicina (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca de 1000-mL.
 - c. Pesar 0.5274 g de p-Toluenossulfonato de nicotínico (PTSA). Dissolver em um tubo volumétrico de 1000-mL com água deionizada. Adicionar água deionizada até a marca de 1000-mL.
2. Analisar cada uma destas soluções usando o procedimento de teste acima descrito. Calcular o percentual de recuperação para cada solução usando esta fórmula:

$$\% \text{ recuperação} = \frac{\text{concentração medida}}{25} \times 100$$

O percentual de recuperação é apresentado na [Tabela 3](#).

Tabela 3 Percentual de recuperação

Composto	Menor % recuperação esperado
PTSA de amônio	95%
PTSA de glicina	95%
PTSA nicotínico	95%

Os analistas descobriram que o PTSA amoniaco é o mais difícil de digerir. Outros compostos podem resultar em percentuais de recuperação diferentes.

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Abrir um tubo novo de solução padrão de nitrogênio de amônio, 1000-mg/L como $\text{NH}_3\text{-N}$.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 50 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Adicionar 2 mL de cada solução preparada, respectivamente, aos três tubos de reagente de hidróxido para nitrogênio total.
7. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
8. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre amostras contaminadas e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Para prova de precisão, substituir 2 mL de uma solução padrão de nitrogênio amônia 10-mg/L pela amostra neste procedimento. Um único analista deve obter menos que 5% de variação nas réplicas.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida (o valor depende das formas químicas selecionadas). Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

Uma digestão por persulfato alcalino converte todas as formas de nitrogênio em nitrato. O metabissulfato de sódio é adicionado após a digestão para eliminar interferências por óxido de halogênio. O nitrato então reage com o ácido cromotrópico sob fortes condições ácidas para formar um complexo amarelo com absorvência máxima a 410 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Unidade	No. Cat.
Tubo do teste 'N Tube Conjunto de reagente de nitrogênio total	50 tubos	26722-45

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Reator DRB200, 110 V, 15x16 mm	1	cada	LTV082.53.40001
Reator DRB200, 220 V, 15x16 mm	1	cada	LTV082.52.40001
Funil, micro	1	cada	25843-35
Cortina contra luz		cada	LZV646
Pipeta, TenSette, 1.0 a 10.0 mL	1	cada	19700-10
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-10	2	50/pc.	21997-96
Estante de resfriamento para tubos do teste	1-3	cada	18641-00

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de nitrogênio amônia, 1000-mg/L NH ₃ -N	1 L	23541-53
Solução padrão de nitrogênio amônia, 10-mg/L NH ₃ -N	500 mL	153-49
Solução padrão de nitrogênio amônia como N, 10 mg/L	500 mL	153-49
Conjunto de padrão primário, para nitrogênio Kjeldahl	conjunto de 3	22778-00
Padrão para águas residuais com compostos inorgânicos para NH ₃ -H, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28331-49
Água, deionizada	500 mL	272-49
Água, sem componentes orgânicos	500 mL	26415-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Balança, analítica, SA80, 115 VCA	cada	28014-01
Cilindro, misturador com tampa, 50 mL	cada	20886-41
Frasco, volumétrico, Classe A, 1000 mL	cada	14574-53
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL	1	cada
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	2	50/pc.
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Ponteiras de pipeta para pipeta TenSette 19700-10	250/pc.	21997-25
Hidróxido de sódio, 5 N	50 mL	2450-26
Ácido sulfúrico, concentrado	500 mL	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

★ Método 8507

Método de diazotização

Pacotes de reagente em pó ou Ampolas AccuVac

LR (0.002 a 0.300 mg/L NO₂⁻-N)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar; aprovado pela USEPA para análise de água residual¹

¹ Registro Federal, 44(85), 25505 (1 de maio de 1979)



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor do reagente branco para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Coletar os seguintes itens:	Quantidade
Teste do pacote de reagente em pó:	
Pacotes de reagente de nitrito em pó NitriVer 3	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2
Teste AccuVac:	
Ampola AccuVac de reagente de nitrito NitriVer 3	1
Béquer, 50-mL	1
Célula de amostra, 10-mL	1

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Pacotes de reagente em pó

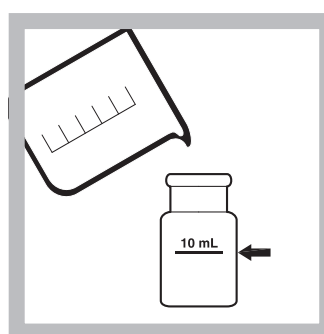
Método 8507



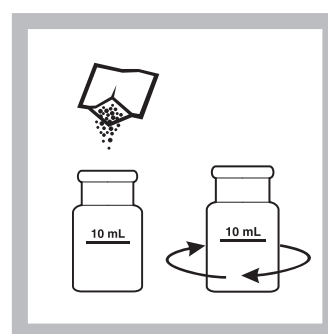
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



2. Selecionar a análise.



3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

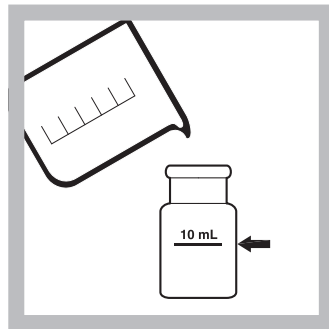


4. **Preparação da Amostra:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente de nitrito em pó NitriVer 3. Girar para misturar.

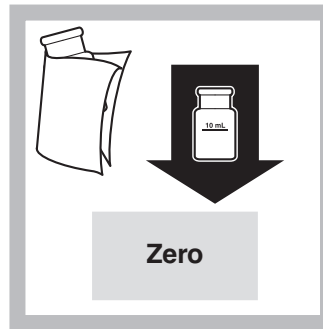
A presença de nitrito é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração rosa.



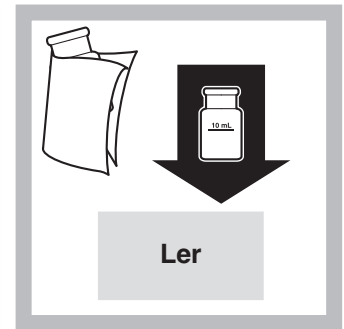
5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.
Um período de reação de 20 minutos se iniciará.



6. **Preparação do branco:** Quando o temporizador expirar, encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra.



7. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **ZERO**.
O mostrador exibirá:
0.000 mg/L NO₂⁻-N



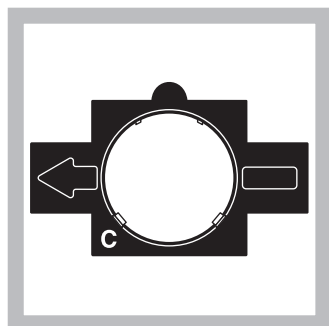
8. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.
Pressionar **LER**.
Os resultados são dados em mg/L NO₂⁻-N.

Ampolas AccuVac

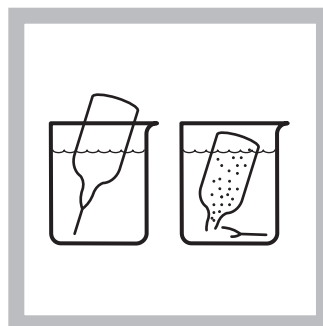
Método 8507



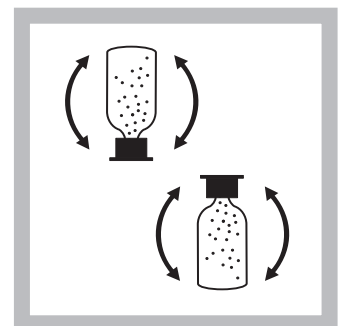
1. Selecionar a análise.



2. Inserir o adaptador C.



3. **Preparação da Amostra:** Coletar ao menos 40 mL da amostra em um béquer de 50-mL.
Encher uma ampola AccuVac NitriVer 3 com a amostra. Manter a ponta imersa enquanto a ampola é cheia completamente.

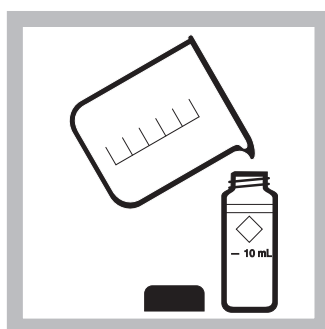


4. Inverter rapidamente a ampola várias vezes para misturar. A presença de nitrito é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração rosa.

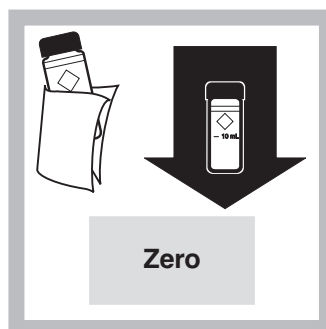


5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR**>**OK**.

Um período de reação de 20 minutos se iniciará.



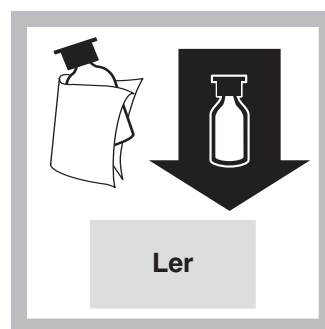
6. **Preparação do branco:** Quando o temporizador expirar, encher outra célula de amostra com 10 mL de amostra.



7. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de células de amostra.

Pressionar **ZERO**.

O visor exibirá:
0.000 mg/L NO₂⁻-N



8. Limpar a ampola AccuVac e inseri-la no suporte de células de amostra.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L NO₂⁻-N.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Íons de antimônio	Interferem causando a precipitação
Íons áuricos	Interferem causando a precipitação
Íons de bismuto	Interferem causando a precipitação
Íons de cloroplatinato	Interferem causando a precipitação
Íons cúpricos	Causam baixos resultados
Íons férricos	Interferem causando a precipitação
Íons ferrosos	Causam baixos resultados
Íons de chumbo	Interferem causando a precipitação
Íons mercuriosos	Interferem causando a precipitação
Íons metavanadato	Interferem causando a precipitação
Nitrato	Níveis muito altos de nitrato (>100 mg/L de nitrato como N) aparentam sofrer uma ligeira redução para nitrito, seja espontaneamente ou durante o teste. Uma pequena quantidade de nitrito será encontrada em todos os níveis.
Íons de prata	Interferem causando a precipitação
Substâncias de forte oxidação e redução	Interfere em todos os níveis.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Armazenar em até 4 °C (39 °F) se a amostra for analisada dentro das próximas 24 a 48 horas. Aquecer a temperatura ambiente antes de executar o teste. Não usar conservantes ácidos.

Nitrito LR (0.002 a 0.300 mg/L NO₂⁻-N)

Comprovação de precisão

Método de solução padrão

A preparação de padrões de nitrito é difícil. Usar as instruções de preparação de padrão dadas em *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, Método 4500—NO₂-B. Preparar um padrão de 0.150-mg/L.

Resumo do método

Os nitritos na amostra reagem com o ácido sulfanílico para formar um sal de diazônio intermediário. Ele se une ao ácido cromotrópico para produzir um complexo de coloração rosa diretamente proporcional à quantidade de nitrito presente. Os resultados do teste são medidos a 507 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Pacotes de reagente de nitrito em pó NitriVer 3	1	100/pc.	21071-69
Ou			
Ampola AccuVac de reagente de nitrito NitriVer 3	1	25/pc.	25120-25

Aparelhos necessários (pacotes de reagente em pó)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos necessários (AccuVac)

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Adapter, 1-polegada redondo, para Ampolas AccuVac	1	cada	LZV584
Béquer, 50-mL	1	cada	500-41H
Célula de amostra, 10-mL, com tampa	1	cada	21228-00

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Balança, analítica, SA80, 115 VCA	cada	28014-01
Guia, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater	—	—
Nitrito de sódio, ACS	12 pés (454 g)	2452-01
Água, deionizada	4 L	242-56



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrogênio, Amônia

Método 8155

Método de salicilato¹

Pacotes de reagentes em pó

(0.01 a 0.50 mg/L NH₃-N)

Escopo e Aplicação: Para água, água residual e água do mar

¹ Adaptado do *Clin. Chim. Acta.*, 14, 403 (1966)



Preparação do Teste

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Pacotes de reagentes de cianureto de amônia	2
Pacotes de reagentes de salicilato de amônia	2
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 5.

Nota: A presença de amônia é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração verde.

Pacotes de reagente em pó

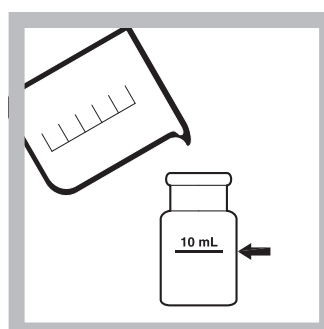
Método 8155



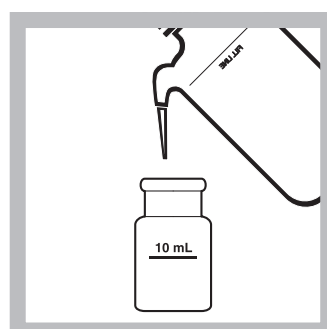
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ..**



2. Selecionar a análise.

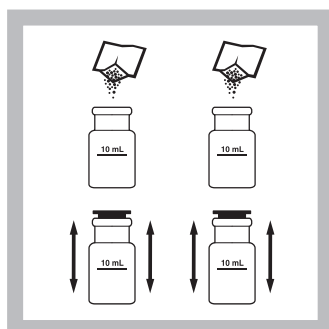


3. **Amostra preparada:** Encher uma célula de amostra quadrada até a marca de 10-mL com a amostra.



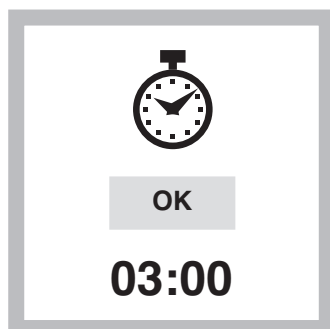
4. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada até a marca de 10-mL com a água deionizada.

Nitrogênio, Amônia (0.01 a 0.50 mg/L NH₃-N)

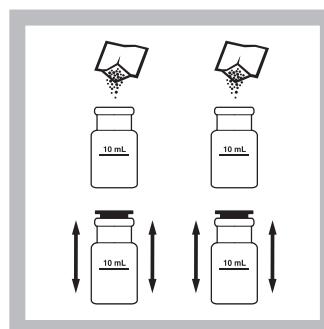


5. Adicionar o conteúdo do pacote de reagente em pó de salicilato de amônia em cada célula.

Tampar e agitar para dissolver.

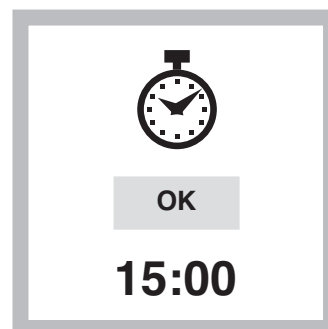


6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 3 minutos se iniciará.



7. Quando o temporizador expirar, adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de cianureto de amônia em cada célula.

Tampar e agitar para dissolver.

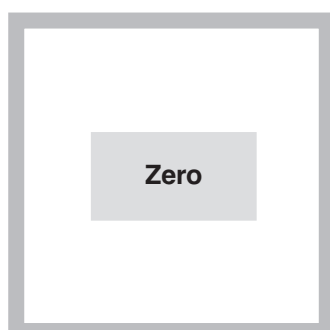


8. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 15 minutos se iniciará.

A presença de amônia-nitrogênio é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração verde.



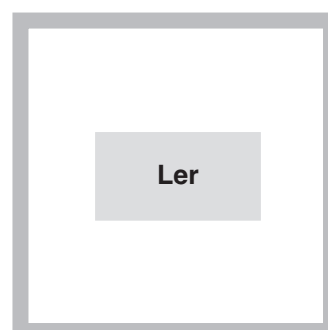
9. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



10. Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá: 0.00 mg/L NH₃-N



11. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



12. Pressionar **LER**. Os resultados são dados em mg/L NH₃-N.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cálcio	Maior que 1000 mg/L como CaCO ₃
Ferro	Todos os níveis. Compensar pela interferência de ferro da seguinte forma: <ol style="list-style-type: none"> Determinar a quantidade de ferro presente na amostra usando um dos procedimentos para ferro total. Adicioanr a mesma concentração de ferro à água sem amônia na etapa 4. A inteferênica será então eliminada com êxito.
Magnésio	Maior que 6000 mg/L como CaCO ₃
Monocloramina	A monocloramina presente na água potável cloraminada interfere diretamente em todos os níveis, gerando altos resultados. Usar o Método 10200, Sem Amônia e Monocloramina, para determinar a ausência de amônia nestas matrizes de amostra.
Nitrato	Maior que 100 mg/L como NO ₃ ⁻ -N
Nitrito	Maior que 12 mg/L como NO ₂ ⁻ -N
Fosfato	Maior que 100 mg/L como PO ₄ ³⁻ -P
Sulfato	Maior que 300 mg/L como SO ₄ ²⁻
Sulfeto	O sulfeto intensificará a cor. Eliminar a inteferência do sulfeto da seguinte forma: <ol style="list-style-type: none"> Medir cerca de 350 mL de amostra em um frasco¹ Erlenmeyer de 500-mL. Adicionar o conteúdo de um pacote reagente em pó de inibidor de sulfeto¹. Gire para misturar. Filtrar a amostra através de um filtro de papel dobrado¹ e um funil para filtro¹. Usar a solução filtrada na etapa 3.
Outras substâncias	Interferências menos comuns tais como hidrazina e glicina resultarão em cores intensificadas na amostra preparada. Turvação e cor gerarão valores altos e incorretos. As amostras com interferências severas requerem a destilação. Usar o procedimento de destilação com o conjunto de destilação para propósitos gerais.

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais on page 5](#).

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Para obter resultados mais confiáveis, analisar as amostras imediatamente após a coleta.

Ajustar o pH para 2 ou menos com ácido sulfúrico concentrado (cerca de 2 mL por litro). Armazenar as amotras em até 4 °C. As amostras conservadas desta maneira podem ser armazenadas em até 28 dias. Antes de testar a amostra armazenada, aquecer a temperatura ambiente e neutralizar com solução padrão de hidróxido de sódio 5.0 N. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

- Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
- Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
- Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois

Nitrogênio, Amônia (0.01 a 0.50 mg/L NH₃-N)

de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.

4. Solução padrão de nitrogênio na forma de amônia, 10-mg/L NH₃-N
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher os cilindros misturadores com 25 mL da amostra. Usar a pipeta TenSette para adicionar 0.2 mL, 0.4 mL e 0.6 mL do padrão, respectivamente, aos cilindros e misturá-los bem.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.2 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressione **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

Preparar um padrão de nitrogênio amônia 0.40 mg/L da seguinte forma:

1. Diluir 4.00 mL de solução padrão de nitrogênio amônia, 10-mg/L, em 100 mL de água deionizada. Ou utilizar a pipeta TenSette para preparar um padrão de nitrogênio amônia de 0.40 mg/L pela diluição de 0.8 mL de solução padrão de nitrogênio amônia, 50-mg/L na forma de NH₃-N, em 100 mL de água deionizada.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

Os compostos de amônia combinam com o cloro para formar a monocloramina. A monocloramina reage com o salicilato para formar 5-aminossalicilato. O 5-aminossalicilato oxida-se na presença de um catalisador de nitroprussida de sódio para formar um composto de coloração azul. A cor azul é mascarada pela cor amarela do reagente em excesso presente, para resultar em uma solução final de coloração verde. Os resultados do teste foram medidos a 655 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de amônia nitrogênio para amostras de 10 mL (100 testes), inclui:	—	—	26680-00
(2) Pacotes de reagente em pó de cianureto de amônia	2	100/pc.	26531-99
(2) Pacotes de reagente em pó de salicilato de amônia	2	100/pc.	26532-99

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Nitrogênio, solução padrão de amônia, 10-mg/L NH ₃ -N	500 mL	153-49
Nitrogênio, solução padrão de amônia, ampola PourRite 2-mL, 50-mg/L NH ₃ -N	20/pc.	14791-20
Água residual, efluente inorgânico, para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28332-49
Pipeta, TenSette 0.1 a 1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	1000/pc.	21856-28
Frasco, volumétrico, Classe A, 100 mL	cada	14574-42
Pipeta, volumétrica, Classe A, 4.00 mL	cada	14515-04
Carga de pipeta, bulbo de segurança	cada	14651-00
Água, deionizada	4 L	272-56

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Cilindro, misturador	20886-40
Conjunto de destilação	22653-00
Frasco Erlenmeyer	505-49
Funil para filtro	1083-67
Filtro de papel	1894-57
Solução padrão de hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-26
Pacote de reagente em pó de inibidor de sulfeto	2418-99
Ácido sulfúrico	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Nitrogênio, Total Kjeldahl

Método 8075

Método Nessler¹ (Requer digestão)
(1 a 150 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água, águas residuais e esgoto; requer digestão.

¹ Adaptado do Hach, et. al., *Journal of Association of Official Analytical Chemists*, 70(5) 783-787 (1987); Hach, et. al., *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 33(6) 1117-1123 (1985); *Métodos padrão para exame de água e águas residuais*



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Para resultados mais precisos, determinar um valor do reagente branco para cada novo lote de reagente. Seguir o procedimento usando água deionizada em vez da amostra. Subtrair o valor reagente branco dos resultados finais ou realizar um ajuste de reagente branco.

Se optar por usar o módulo Pour-Thru, limpar periodicamente as células, adicionando alguns cristais de tiosulfato de sódio pentahidrato no funil da célula. Despejar pelo funil e pela célula com bastante água deionizada para dissolver. Enxaguar os cristais.

Segurar o conta-gotas e frascos de conta-gotas verticalmente, **não em ângulo**, ao dispensar o reagente.

O reagente Nessler contém iodeto mercúrico. A amostra e o branco contêm mercúrio (D009) em uma concentração classificada como resíduo nocivo pelo Federal RCRA. Não despeje estas soluções no esgoto. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Fragmentos de porcelana porosa, carbeto de sílica	2-3
Protetores, dedo	2
Cilindro, graduado para misturação, 25 mL	2
Aparelho de digestão Digesdahl	1
Peróxido de hidrogênio, 50%	20 mL
Estabilizador Mineral	6 gotas
Reagente Nessler	2 mL
Agente dispersante de álcool polivinil	variável
Solução padrão de hidróxido de potássio, 1.0 N	variável
Solução padrão de hidróxido de potássio, 8.0 N	variável
Ácido sulfúrico, concentrado ACS	6 mL
Solução Indicadora TKN	2 gotas
Pipeta, TenSette, 0.1 a 1.0 mL mais ponteiras	1
Protetor de segurança	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

Nessler

Método 8075



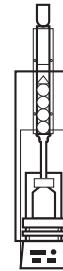
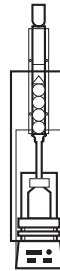
Programas
Armaz.



399 Nitrogénio TKN



Iniciar

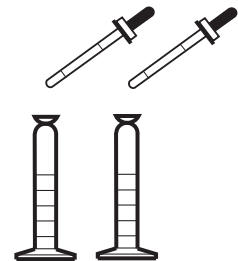
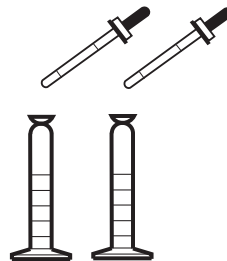
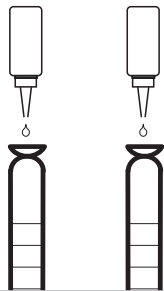
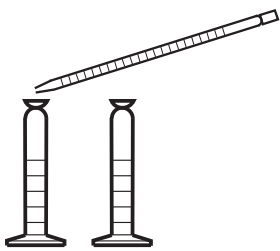


1. Pressionar
PROGRAMAS ARMAZ..

2. Selecionar a análise.

3. **Amostra preparada:**
Digerir a quantidade da amostra conforme descrito no Manual do Aparelho de Digestão Digesdahl.

4. **Preparação do branco:** Digerir uma quantidade uniforme de água deionizada como branco.



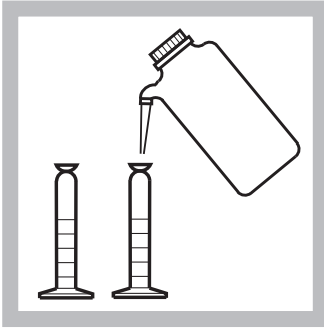
5. Selecionar o volume de análise apropriada da amostra digerida dada em [Tabela 3 na página 4](#). Pipetar o volume da análise da amostra e o branco em cilindros individuais de misturação graduados de 25-mL.

6. Adicionar uma gota do indicador TKN em cada cilindro.

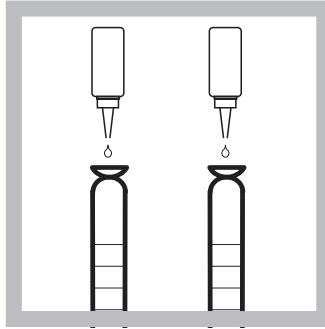
7. Se a alíquota for inferior a 1 mL, proceder à etapa 8.

Se maior que 1 mL, adicionar gotas 8.0 N KOH em cada cilindro até que a primeira sinal de cor azul apareça. Tampar e inverter o cilindro após cada adição. Proceder à próxima etapa.

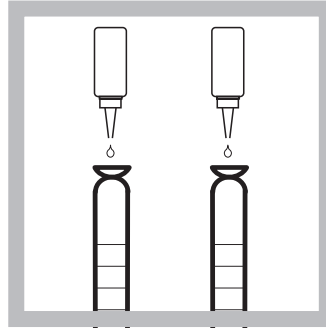
8. Adicionar 1.0 N KOH em cada cilindro, uma gota por vez, misturando após cada adição. Continuar até que a primeira cor azul permanente apareça.



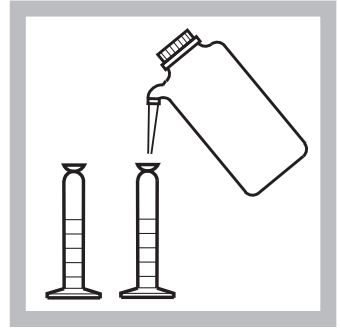
9. Encher ambos os cilindros com 20-mL de água deionizada.



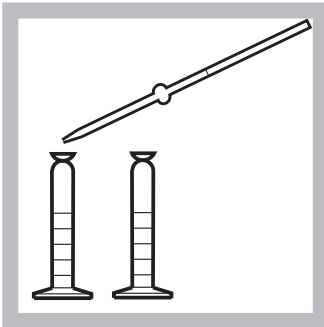
10. Adicionar três gotas de Estabilizador Mineral em cada cilindro. Tampar e inverter diversas vezes para misturar.



11. Adicionar três gotas de Agentes dispersante álcool polivinil em cada cilindro. Tampar e inverter diversas vezes para misturar.



12. Encher ambos os cilindros com 25-mL de água deionizada. Tampar e inverter diversas vezes para misturar.



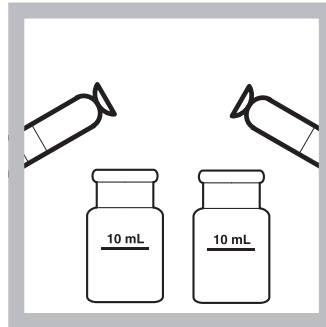
13. Pipetar 1.00 mL de reagente Nessler em cada cilindro. Tampar e inverter repetidamente.

A solução não deve ficar turva. Qualquer turvação causará resultados incorretos.



14. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.

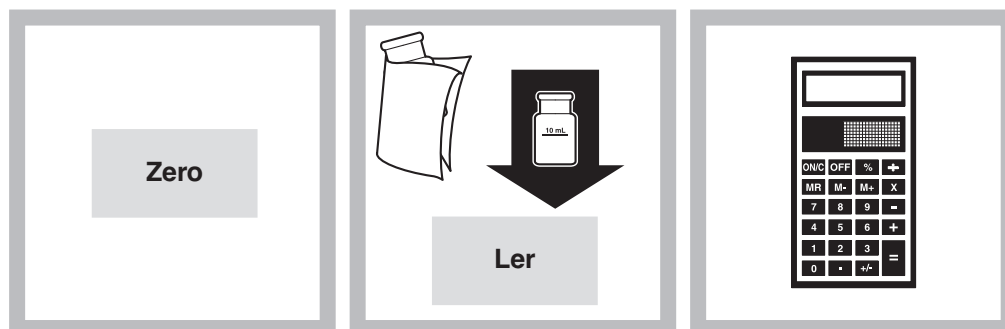


15. Quando o temporizador expirar, despejar o conteúdo de cada cilindro em células de amostra quadradas individuais.



16. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Nitrogênio, Total Kjeldahl (1 a 150 mg/L)



17. Pressionar ZERO.

A tela exibirá:
0 mg/L TKN

18. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L TKN.

19. Calcular o TKN da amostra da seguinte forma:

$$\text{ppm TKN} = \frac{75 \times A}{B \times C}$$

Onde:

A = leitura em mg/L do visor

B = g (ou mL de água) amostra tomada para digestão.

C = volume de análises em mL da amostra digerida

Tabela 1 AMOSTRAS AQUOSAS (Soluções de suspensões em água - inferior a 1% de sólidos)

Concentração esperada de nitrogênio (mg/L)	Volume de análise (mL)
0.5–28	10.0
2–112	5.0
11–560	2.00
45–2250	1.00
425–22500	0.50

Tabela 2 AMOSTRAS SECAS

Concentração esperada de nitrogênio (mg/L)	Volume de análise (mL)
42–2200	10.0
106–5600	5.00
350–18,000	2.00
1000–56,000	1.00
4200–220,000	0.50

Tabela 3 GORDURAS E ÓLEOS

Concentração esperada de nitrogênio (mg/L)	Volume de análise (mL)
85–4500	10.0
210–11,000	5.00
2100–110,000	1.00

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos. Ajustar o pH para até 2 com ácido sulfúrico (cerca de 2 mL por litro) e resfriar a 4 °C (39 °F). As amostras preservadas podem ser armazenadas por até 28 dias.

Comprovação de precisão

Método padrão de nitrogênio Kjeldahl

Este procedimento verificar a eficácia da digestão e indica a quantidade de nitrogênio ligado que é liberado durante a digestão. Os métodos e padrões disponíveis para verificar a técnica de digestão encontram-se disponíveis na seção *Comprovação da precisão* seguindo o procedimento descrito no Manual de Instruções do Aparelho de Digestão *Digesdahl*. Usando o padrão Kjeldahl digerido, realizar a análise TKN acima no colorímetro. O valor TKN deve estar dentro de $\pm 3\%$ do valor do padrão Kjeldahl preparado.

Método de Solução Padrão (para verificar somente a precisão de calibração)

1. Adicionar uma gota do indicador TKN em cada cilindro de misturação graduado de 25-mL.
2. Encher um cilindro com 20 mL de água deionizada. Encher o outro cilindro com 20-mL de solução $\text{NH}_3\text{-N}$, 1.0 mg/L.
3. Adicionar 3 gotas de Estabilizador Mineral em cada cilindro. Inverter várias vezes para misturar.
4. Adicionar 3 gotas de Agentes dispersante álcool polivinil em cada cilindro.
5. Realizar o procedimento TKN conforme descrito na etapa 12 até a etapa 18. O monitor deve exibir 26–27 mg/L TKN.

Resumo do método

O termo *Total Kjeldahl Nitrogen* refere-se à combinação de amônia e nitrogênio orgânico. Entretanto, este teste determina apenas os compostos de nitrogênio orgânico na forma de nitrogênio organicamente ligado no estado trinegativo. O nitrogênio nesta forma é convertido em sais de amônio pela ação de ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio. A amônia é então estabilizada por um teste modificado do método Nessler. Os resultados do teste foram medidos a 460 nm.

Nitrogênio, Total Kjeldahl (1 a 150 mg/L)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de nitrogênio, 0–150 mg/L, inclui:	—	250 testes	24953-00
Peróxido de hidrogênio, 50%	20 mL	490 mL	21196-49
Estabilizador Mineral	6 gotas	50 mL SCDB	23766-26
Reagente Nessler	2 mL	500 mL	21194-49
Agente dispersante de álcool polivinil	6 gotas	50 mL SCDB	23765-26
Solução padrão de hidróxido de potássio, 1.0 N	variável	50 mL SCDB	23144-26
Solução padrão de hidróxido de potássio, 8.0 N	variável	100 mL MDB	282-32H
Ácido sulfúrico, ACS concentrado	6 mL	500 mL	979-49
Solução Indicadora TKN	2 gotas	50 mL SCDB	22519-26

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	No. Cat.
Fragmentos de porcelana porosa, carbetto de sílica	2–3	500 g	20557-34
Protetores, dedo	2	2/pc.	14647-02
Cilindro, graduado para misturação, 25-mL	2	cada	26362-40
Aparelho de Digestão Digesdahl, 115 VCA	1	cada	23130-20
Ou			
Aparelho de Digestão Digesdahl, 220 VCA	1	cada	23130-21
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	1	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta, para pipeta TenSette 19700-01	2	50/pc.	21856-96
Protetor de segurança	1	cada	50030-00
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL, par	2	2/pc.	24954-02

Aparelhos e Padrões Recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Nitrogênio, conjunto padrão primário para TKN	cada	22778-00
Solução padrão de nitrogênio, 1 mg/L NH ₃ -N	500 mL	1891-49
Solução padrão de nitrogênio, ampola Voluette, 150-mg/L NH ₃ -N, 10-mL	16/pc.	21284-10
Padrão influente de água residual para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , DQO, SO ₄ , COT	500 mL	28331-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Kit de células de fluxo contínuo Pour-Thru	cada	59404-00
Tiosulfato de sódio, Pentahidrato	—	460-01



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Método 8185

Método com silicomolibdato

Pacotes de reagentes em pó

HR (1 a 100 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água e água do mar



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

A temperatura da amostra deve estar entre 15–25 °C (59–77 °F)

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Conjunto de reagente de sílica de faixa alta	1
Água deionizada	10 mL
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10-mL	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Pacotes de reagentes em pó

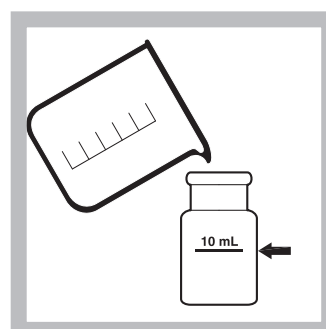
Método 8185



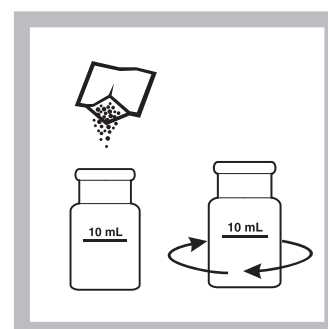
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



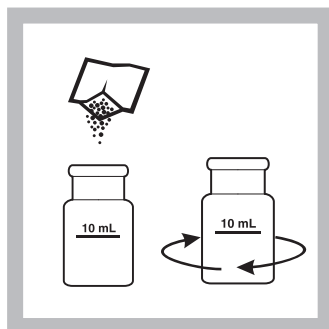
2. Selecionar a análise.



3. Encher uma célula de amostra quadrada com 10-mL da amostra.



4. **Amostra preparada:** Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de molibdato para sílica de faixa alta à célula de amostra. Misturar até ser completamente dissolvido.

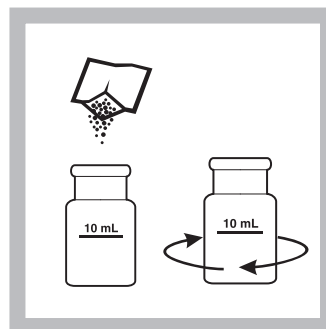


5. Adicionar o conteúdo de um pacote reagente ácido em pó de sílica de faixa alta. Gire para misturar.

A presença de fósforo ou sílica é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração amarela.

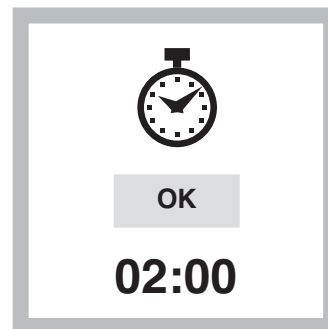


6. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 10 minutos se iniciará.



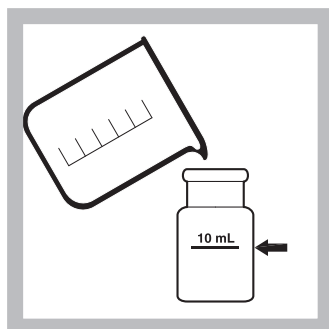
7. Quando o temporizador expirar, adicionar o conteúdo de um pacote de ácido cítrico em pó à célula da amostra. Gire para misturar.

Qualquer coloração amarela devido ao fósforo é removida nesta etapa.



8. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**. Um período de reação de 2 minutos se iniciará.

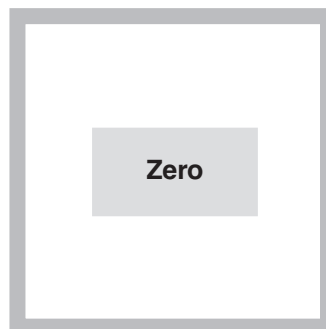
Executar as etapas 9–12 dentro de três minutos após expirar o temporizador.



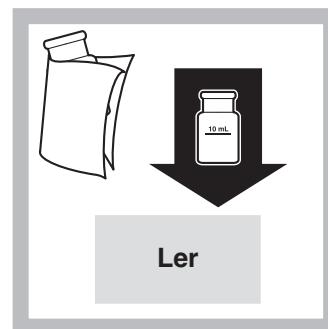
9. **Preparação do branco:** Encher uma segunda célula de amostra quadrada com 10 mL da amostra original.



10. Limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



11. Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá: 0 mg/L SiO₂



12. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L SiO₂.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cor	Eliminada pela restauração em zero do instrumento com a amostra original.
Ferro	Altos níveis de interferência por Fe ²⁺ e Fe ³⁺ .
Fosfato	Não interfere abaixo de 50 mg/L PO ₄ ³⁻ . Em 60 mg/L PO ₄ ³⁻ , ocorre uma interferência negativa de 2%. Em 75 mg/L PO ₄ ³⁻ , ocorre uma interferência negativa de 11%.
Sulfitos (S ²⁻)	Interfere em todos os níveis.
Turvação	Eliminada pela restauração em zero do instrumento com a amostra original.

Ocasionalmente, as amostras contêm sílica, que reage muito lentamente com o molibdato. A natureza destas formas de "molibdato não-reativo" não são mostradas. Um pré-tratamento com Bicarbonato de sódio*, depois Ácido Sulfúrico* tornarão estas formas reativas ao molibdato. O pré-tratamento é dado em *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* em "Silica-Digestion with Sodium Bicarbonate". Um tempo de reação mais longo com a amostra e os reagentes de molibdato e ácido (antes de adicionar o ácido cítrico) podem ajudar em lugar do tratamento com bicarbonato.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em garrafas de vidro limpas. Analisar as amostras assim que possível, logo após a coleta. Se a pronta análise não for possível, armazenar as amostras a 4 °C (39 °F) por até 28 dias. Aquecer as amostras à temperatura ambiente antes de realizar a análise.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada). Verificar a fórmula química.
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Abrir uma solução de padrão de sílica 1000 mg/L.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três células de amostra com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressione **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a linha ideal de 100% de recuperação.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 4](#).

Sílica HR (1 a 100 mg/L)

Método de solução padrão

1. Para verificar a precisão do teste, usar a solução padrão de sílica 50-mg/L. Analisar de acordo com o procedimento de Sílica HR acima descrito, usando água deionizada como o branco.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES.**
3. Pressionar **LIG.** Pressionar **AJUSTAR** para confirmar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK.** Pressionar **AJUSTAR.**

Resumo do método

A sílica e o fosfato na amostra reagem com o íon de molibdato sob condições acídicas para formar complexos de ácido silicomolibdico amarelo e complexos ácidos fosfomolibdicos. A adição com ácido cítrico destrói os complexos de fosfato. A sílica é então determinada pela medição da coloração amarela. Os resultados do teste são medidos a 452 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de sílica de faixa alta para amostras de 10 mL (100 testes), inclui:			24296-00
Pacotes de reagentes ácido em pó para Sílica de faixa alta	1	100/pc.	21074-69
Pacotes de reagentes de ácido cítrico em pó	1	100/pc.	21062-69
Pacotes de reagentes molibdato em pó para Sílica de faixa alta	1	100/pc.	21073-69
Água, deionizada	10 mL	4 L	272-56

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Solução padrão de sílica, 50-mg/L	200 mL	1117-29
Solução padrão de sílica, 1000-mg/L	500 mL	194-49

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Bicarbonato de sódio, 454 gramas	776-01
Ácido sulfúrico, 1.00 N, 100 mL	1270-32



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Método 8186

Pacotes de reagentes em pó

Método do azul de heteropoly¹

LR (0.010 a 1.600 mg/L como SiO₂)

Escopo e Aplicação: Para água e água do mar

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

O tempo de reação de quatro minutos na etapa 5 é para amostras a 20 °C; para amostras a 10 °C, aguardar oito minutos; para amostras a 30 °C, aguardar dois minutos.

O tempo de reação de um minuto na etapa 7 aplica-se às amostras a 20 °C; para amostras a 10 °C, aguardar dois minutos; para amostras a 30 °C, aguardar 30 segundos.

Para testar níveis muito baixos de sílica, usar o Método 8282.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

Pacotes de reagentes em pó de amino ácido F (para amostra de 10-mL)	1 pacote
Pacotes de reagentes de ácido ascórbico em pó	2 pacotes
Solução de reagente de molibdato 3	1 mL
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 4.

Pacotes de reagentes em pó

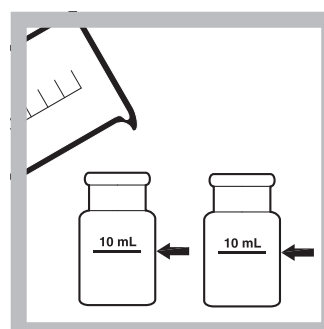
Método 8186



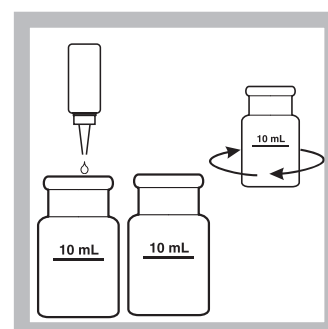
1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**



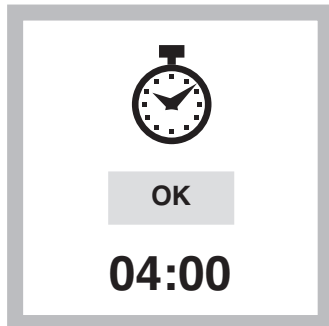
2. Selecionar a análise.



3. Encher duas células de amostra quadrada com 10 mL da amostra.

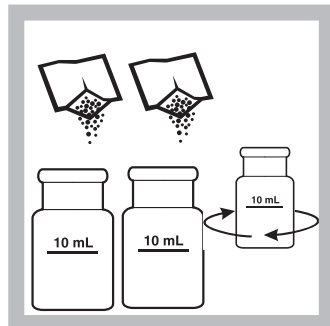


4. Adicionar 14 gotas de Reagente de molibdato 3 a cada célula de amostra. Gire para misturar.



5. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 4 minutos se iniciará.

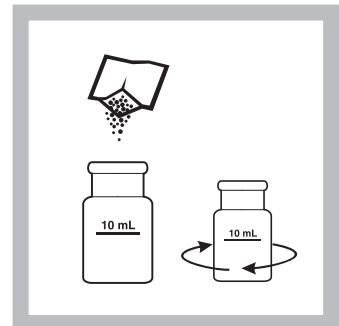


6. Quando o temporizador expirar, adicionar o conteúdo de um pacote de reagente em pó de ácido cítrico em cada célula de amostra. Gire para misturar.



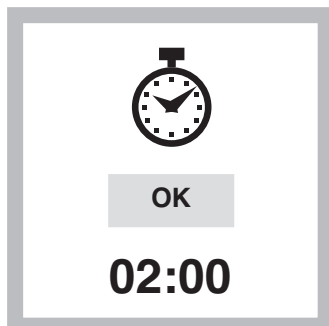
7. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 1 minuto se iniciará. A destruição de possíveis interferências de fosfato ocorre durante este período.



8. **Amostra preparada:** Quando o temporizador expirar, adicionar o conteúdo de um pacote de amino ácido F em pó à célula da amostra. Gire para misturar.

Preparação do branco: A amostra sem o reagente de amino ácido F é o branco.



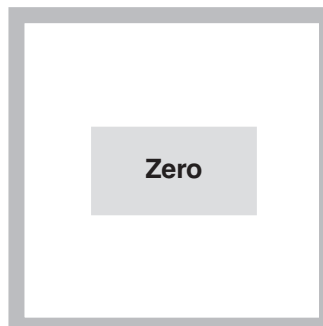
9. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 2 minutos se iniciará.

A presença de sílica é indicada pelo desenvolvimento de uma coloração azul.

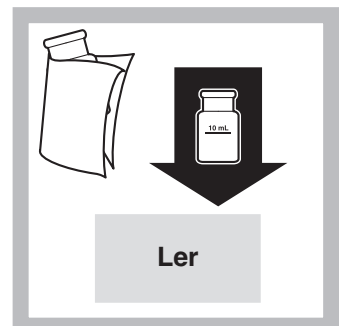


10. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.



11. Pressionar **Zero**.

O mostrador exibirá:
0.000 mg/L SiO₂



12. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L SiO₂.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Cor	Eliminada pela restauração em zero do instrumento com a amostra original.
Ferro	Grandes quantidades interferem.
Fosfato	Não interfere em níveis inferiores a 50 mg/L PO ₄ . A 60 mg/L PO ₄ , ocorre uma interferência de -2%. A 75 mg/L PO ₄ a interferência é de -11%.

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis (continuado)

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Formas de sílica com lenta reação	Ocasionalmente, as amostras contêm sílica, que reage muito lentamente com o molibdato. A natureza destas formas de "molibdato não-reativo" não são mostradas. Um pré-tratamento com Bicarbonato de sódio, depois Ácido Sulfúrico, tornarão estas formas reativas ao molibdato. O pré-tratamento é dado em <i>Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater</i> em <i>Silica Digestion with Sodium Bicarbonate</i> . Um tempo de reação mais longo com a amostra e os reagentes de molibdato e ácido (antes de adicionar o ácido cítrico) podem ajudar em lugar do pré-tratamento com bicarbonato.
Sulfitos	Interfere em todos os níveis
Turvação	Eliminada pela restauração em zero do instrumento com a amostra original.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em garrafas de plástico limpas. Analisar as amostras assim que possível, logo após a coleta. Se a pronta análise não for possível, armazenar amostras por até 7 dias, resfriadas a 4 °C (39 °F) ou abaixo desta temperatura. Aquecer as amostras a temperatura ambiente antes de realizar a análise.

Comprovação de precisão

Métodos de adições de padrão (amostra contaminada)

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Abrir uma garrafa de solução de padrão de sílica 25-mg/L.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três células de amostra com 10 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

1. Usar a solução padrão 1.00-mg/L SiO₂ dada em [Itens de consumo e reposição na página 4](#) em vez da amostra. Executar o procedimento conforme descrito acima.

Sílica LR (0.010 a 1.600 mg/L como SiO₂)

- Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão de 1.00 mg/L de SiO₂, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
- Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Resumo do método

A sílica e o fosfato na amostra reagem com o íon de molibdato sob condições ácidas para formar complexos de ácido silicomolibdico amarelo e complexos ácidos fosfomolibdicos. A adição com ácido cítrico destrói os complexos de fosfato. Um amino ácido é então adicionado para reduzir o ácido silicomolibdico amarelo, para uma coloração azul intensa, que é proporcional à concentração de sílica. Os resultados do teste foram medidos a 815 nm.

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de sílica de faixa baixa (100 testes), inclui:	—	—	24593-00
(1) Pacotes de reagentes em pó de amino ácido F (para amostra de 10-mL)	1 pacote	100/pc.	22540-69
(2) Pacote de ácido cítrico em pó	2 pacotes	100/pc.	21062-69
(2) Solução de reagente de molibdato 3	1 mL	50 mL	1995-26

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Água deionizada	4 L	272-56
Solução padrão de sílica, 1-mg/L SiO ₂	500 mL	1106-49
Solução padrão de sílica, 25-mg/L como SiO ₂	236 mL	21225-31

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	Unidade	No. Cat.
Bicarbonato de sódio	454 g	776-01
Ácido sulfúrico, 1.00 N	1000 mL	1270-53
Pipeta, TenSette, 0.1–1.0 mL	cada	19700-01
Ponteiras de pipeta TenSette 19700-01	50/pc.	21856-96



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

Método 8009

Método Zincon¹

Pacotes de reagentes em pó

(0.01 a 3.00 mg/L)

Escopo e Aplicação: Para água e água residual; requer digestão para determinação do zinco total (consultar [Digestão na página 5](#)); aprovado pela USEPA para análise de águas residuais²

¹ Adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

² Registro Federal, 45 (105) 36166 (29 de maio de 1980).



Preparação do Teste

Antes de iniciar a análise:

Usar apenas cilindros de vidro tampados neste procedimento.

Lavar os utensílios em vidro com HCl¹ 1:1 e enxaguar com água deionizada antes do uso.

Usar conta-gotas plásticos neste procedimento. Os conta-gotas com bulbos de borracha podem contaminar o reagente.

O reagente ZincoVer 5 contém cianeto de potássio. As soluções de cianeto são regulamentadas como resíduos perigosos pelo Federal RCRA. As soluções de cianeto devem ser coletadas para o descarte como resíduo reativo (D003). Verificar para que as soluções de cianeto sejam armazenadas em uma solução cáustica com um pH >11 para evitar a potencial liberação de gás cianeto de hidrogênio. Consultar a ficha de dados de segurança de material (MSDS) atual para o manuseio seguro e instruções de disposição.

Coletar os seguintes itens:

Quantidade

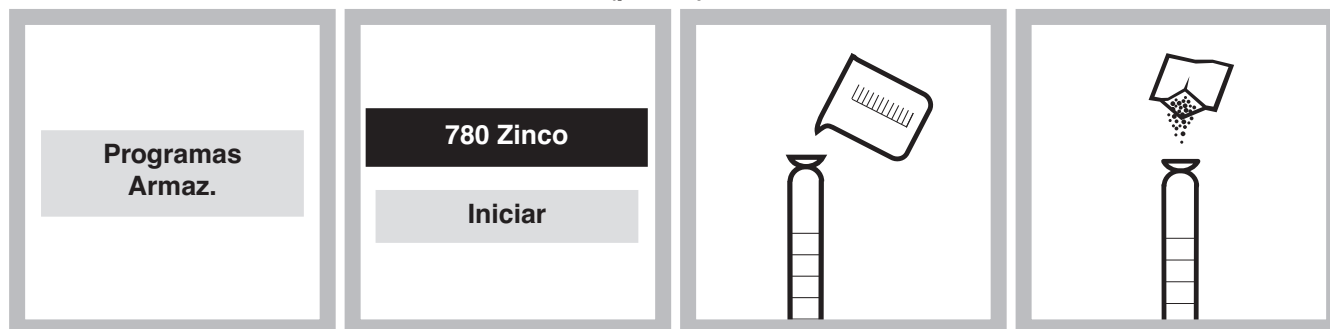
Conjunto de reagente de zinco:	
Ciclohexanona	0.5 mL
Pacote de reagente em pó ZincoVer 5	1
Cilindro, graduado para misturação, 25-mL	1
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL	2

Nota: As informações para renovação de pedido de itens de consumo e substituição encontram-se na página 6.

¹ Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

CUIDADO

O Reagente ZincoVer 5 contém cianeto e é muito venenoso se ingerido ou se os vapores forem inalados. Não adicionar a uma amostra ácida (pH < 4).

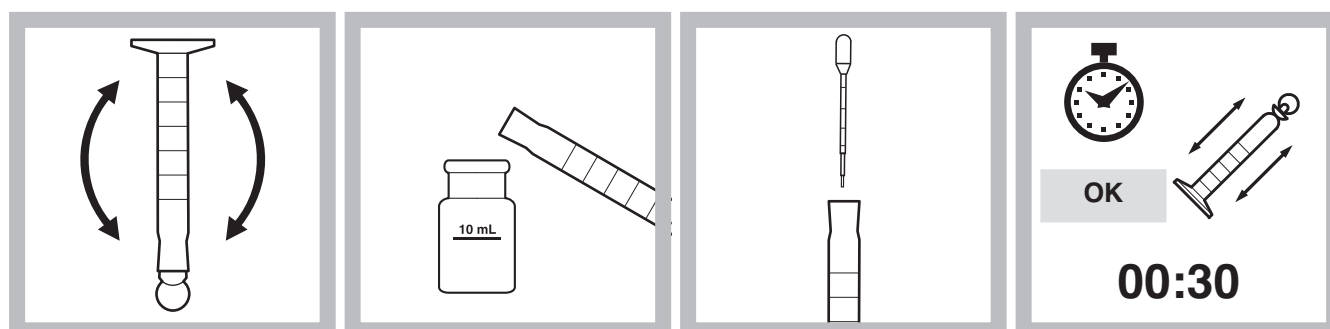


1. Pressionar **PROGRAMAS ARMAZ.**

2. Selecionar a análise.

3. Encher um cilindro de misturação graduado de 25-mL com 20 mL da amostra.

4. Adicionar o conteúdo de um pacote de reagente ZincoVer 5 ao cilindro. Tampar.



5. Inverter várias vezes para dissolver o pó completamente. Caso algumas partículas não sejam dissolvidas, isso pode acarretar em baixas concentrações de zinco, logo, produzindo leituras inconsistentes.

6. **Preparação do branco:** Despejar 10 mL da solução em uma célula de amostra quadriculada.

7. **Amostra preparada:** Usar um conta-gotas plástico para adicionar 0.5 mL de ciclohexano ao restante da solução em um cilindro graduado.

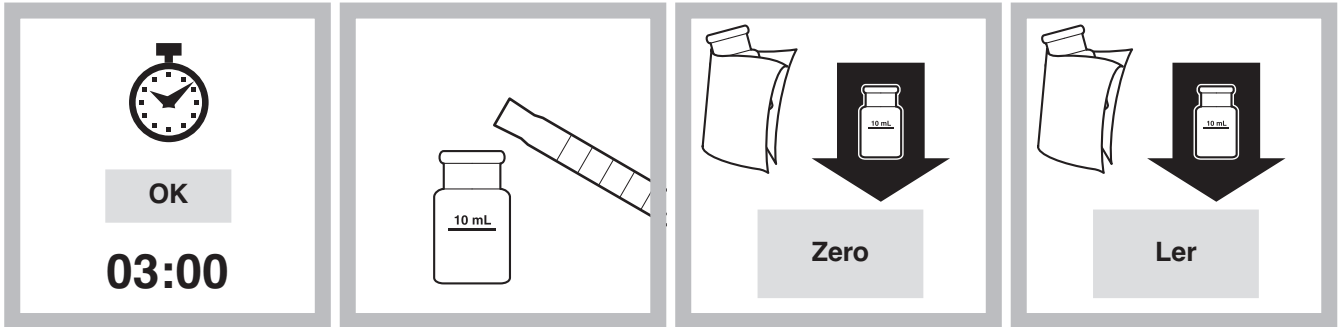
8. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR>OK**.

Um período de reação de 30 segundos se iniciará.

Durante o período de reação, tampar o cilindro e agitar vigorosamente a amostra preparada.

A amostra apresentará um tom laranja-avermelhado, marrom ou azul, dependendo da concentração de zinco.

A amostra deve estar laranja. Se estiver marrom ou azul, a concentração de zinco está muito alta ou existe algum metal interferente. Diluir a amostra e repetir o teste.



9. Pressionar o símbolo do **TEMPORIZADOR** > **OK**.

Um período de reação de três minutos se iniciará. Durante este período de reação, completar a etapa 10.

10. Colocar a solução da amostra preparada do cilindro em uma segunda célula de amostra quadriculada.

11. Quando o temporizador expirar, limpar o branco e inseri-lo no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **ZERO**. O mostrador exibirá:

0.00 mg/L Zn

12. Limpar a amostra preparada e inseri-la no suporte de célula de amostra com a linha de nível de enchimento voltada para o lado direito.

Pressionar **LER**.

Os resultados são dados em mg/L Zn.

Interferências

Tabela 1 Substâncias Interferentes e Níveis

Substância interferente	Níveis de interferência e Tratamentos
Alumínio	Maior que 6 mg/L
Cádmio	Maior que 0.5 mg/L
Cobre	Maior que 5 mg/L
Ferro (férico)	Maior que 7 mg/L
Manganês	Maior que 5 mg/L
Níquel	Maior que 5 mg/L
Material orgânico	Grandes quantidades interferem. Pré-tratar a amostra com uma digestão leve.
Amostras altamente tamponadas ou pH extremo de amostra	Pode exceder a capacidade de tamponamento dos reagentes e requer o pré-tratamento da amostra. Ajustar o pH para 4–5.

Amostras contendo amino-tri(metileno ácido fosfônico) (AMP) interferirão de forma negativa. Realizar a digestão de fósforo total (Método 8190) para eliminar esta interferência.

Nota Importante: Ajustar o pH da amostra após a digestão de fósforo total para 4–5 com hidróxido de sódio antes da análise com o teste de zinco.

Coleta, armazenamento e preservação de amostras

Coletar as amostras em recipientes de vidro ou plástico limpos com banho ácido. Se a pronta análise não for possível, conservar a amostra ajustando o pH a 2 ou menos com ácido nítrico (cerca de 2 mL por litro). As amostras preservadas podem ser armazenadas por no máximo seis meses sob temperatura ambiente.

Antes da análise, ajuste o pH para 4–5 com hidróxido de sódio 5.0 N. Não exceder o valor de pH 5, pois o zinco poderá precipitar. Corrigir o resultado do teste para adições de volume.

Comprovação de precisão

1. Após a leitura dos resultados, deixar a célula de amostra (amostra não-contaminada).
2. Pressionar **OPÇÕES>MAIS**. Pressionar **PADRÃO ADIÇÕES**. Um resumo do procedimento de adições de padrão será exibido.
3. Pressionar **OK** para aceitar os valores padrão da concentração padrão, volume de amostra e volumes de referência. Pressionar **EDITAR** para alterar estes valores. Depois de aceitar os valores, a leitura da amostra não-contaminada é exibida na linha de cima. Para mais informação, consulte o manual do usuário.
4. Quebrar o gargalo da ampola padrão de zinco Voluette, 25 mg/L Zn.
5. Preparar três amostras contaminadas. Encher três cilindros misturadores com 20 mL da amostra. Usar a Pipeta TenSette para adicionar 0.1 mL, 0.2 mL e 0.3 mL de padrão, respectivamente, em cada amostra e misturar vigorosamente.
6. Analisar cada amostra contaminada conforme descrito no procedimento acima, iniciando pela amostra contaminada de 0.1 mL. Aceitar cada leitura de adição de padrão pressionando **LER**. Cada adição deve refletir aproximadamente 100% de recuperação.
7. Ao completar a seqüência, pressionar **GRÁFICO** para visualizar a linha ideal pelos pontos de dados de adição de padrão, representando as interferências matriciais. Pressionar **IDEAL LINHA** para visualizar as relações entre as adições de amostra e a "linha ideal" de 100% de recuperação.

Método de solução padrão

Preparar uma solução padrão de zinco 1.00 mg/L da seguinte forma:

1. Usando um recipiente de vidro de Classe A, pipetar 10.00 mL de solução padrão de zinco, 100-mg/L, em um frasco volumétrico de 1000-mL. Diluir até a marca com água deionizada. Preparar esta solução diariamente. Executar o procedimento de zinco conforme descrito acima.
2. Para ajustar a curva de calibração usando a leitura obtida com a solução padrão, pressionar **OPÇÕES>MAIS** no menu do programa atual. Pressionar **PADRÃO AJUSTAR: DES**.
3. Pressionar **LIG**. Pressionar **AJUSTAR** para aceitar a concentração exibida. Se utilizar uma concentração alternativa, pressionar o número na caixa para introduzir a concentração atual, depois, pressionar **OK**. Pressionar **AJUSTAR**.

Digestão

A digestão é necessária se o zinco total for determinado. O seguinte não é a digestão USEPA.

1. Se o ácido nítrico não foi adicionado anteriormente à amostra, adicionar 5 mL de Ácido Nítrico Concentrado* em um litro de amostra (usar uma pipeta de vidro serológica e carga para pipeta). Se a amostra foi acidificada na coleta, adicionar 3 mL de ácido nítrico a um litro da amostra.
2. Transferir cerca de 100 mL de amostra para um frasco Erlenmeyer de 250 mL.
3. Adicionar 5 mL de ácido hidrolórico 1:1.
4. Aquecer a amostra em uma chapa aquecedora* por 15 minutos a 95 °C (203 °F). Não permitir que a amostra ferva.
5. Filtras a amostra resfriada através de um filtro de membrana e ajustar o volume para 100 mL com água deionizada.
6. Ajustar o pH entre 4–5 com hidróxido de sódio 5.0 N antes da análise. Consultar [Coleta, armazenamento e preservação de amostras na página 4](#) para instruções.

Resumo do método

O zinco e outros materiais na amostra são complexados com cianeto. A adicção de ciclohexanona causa a liberação seletiva do zinco. Ele então reage com o indicador 2-carbóxi-2'-hidróxi-5'-sulfoformazil benzeno (zincon) para formar uma espécie azulada. A coloração azul é mascarada pela cor marrom devido ao excesso do indicador. A intensidade da cor azul é proporcional à quantidade de zinco presente. Os resultados do teste foram medidos a 620 nm.

* Consulte [Reagentes e aparelhos opcionais na página 6](#).

Zinco (0.01 a 3.00 mg/L)

Itens de consumo e reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Conjunto de reagente de zinco, tamanho de amostra 20-mL (100 testes = 100 amostras + 100 brancos), inclui:	—	—	24293-00
Ciclohexanona	—	100 mL MDB	14033-32
Pacote de reagente em pó ZincoVer 5	1	100/pc.	21066-69

Aparelhos necessários

Descrição	Quantidade/ teste	Unidade	No. Cat.
Cilindro, misturador, graduado, 25-mL	1	cada	20886-40
Células de amostra, 1-polegada quadrada, 10 mL, par	2	2/pc.	24954-02

Padrões recomendados

Descrição	Unidade	No. Cat.
Água, deionizada	4 L	272-56
Solução padrão de zinco, 100-mg/L	100 mL	2378-42
Solução padrão de zinco, ampola PourRite 2-mg/L, 25 mg/L como Zn	20/pc.	14246-20
Solução padrão de zinco, ampola Voluette 10-mg/L, 25 mg/L como Zn	16/pc.	14246-10

Reagentes e aparelhos opcionais

Descrição	No. Cat.
Frasco, Erlenmeyer, 250 mL	505-46
Chapa aquecedora, 115 V	12067-01
Chapa aquecedora, 220 V	12067-02
Ácido hidrolórico 6.0 N, 1:1	884-49
Ácido nítrico, concentrado	152-49
Hidróxido de sódio, 5.0 N	2450-26



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932