
**Hierro LR L (B)**
**M226**
**0.03 - 2 mg/L Fe**
**Ferrocina / Tioglicolato**

### Información específica del instrumento

La prueba puede realizarse en los siguientes dispositivos. Además, se muestran la cubeta requerida y el rango de absorción del fotómetro.

| Dispositivos                                | Cuvette | $\lambda$ | Rango de medición |
|---|---------|-----------|-------------------|
| MD 600, MD 610, MD 640,<br>XD 7000, XD 7500 | ø 24 mm | 560 nm    | 0.03 - 2 mg/L Fe  |

### Material

Material requerido (parcialmente opcional):

| Reactivos                            | Unidad de embalaje | No. de referencia |
|--------------------------------------|--------------------|-------------------|
| Acidez / Alcalinidad P Indicador PA1 | 30 mL              | 56L013530         |
| Acidez / Alcalinidad P Indicador PA1 | 65 mL              | 56L013565         |
| Tampón de dureza cálcica CH2         | 65 mL              | 56L014465         |
| Tampón de dureza cálcica CH2         | 5 x 65 mL mL       | 56L014472         |
| KP962-Polvo de persulfato amónico    | Polvos / 40 g      | 56P096240         |
| Iron LR 2 Reagent Set                | 1 Cantidad         | 56R023490         |

### Lista de aplicaciones

- Agua de refrigeración
- Agua de caldera
- Galvanizado
- Tratamiento de aguas de aporte



## Preparación

1. Si existen en la muestra formadores de complejos fuertes, debe prolongarse el periodo de reacción hasta que no pueda apreciarse ninguna coloración. Los complejos de hierro muy fuertes no se registran en la medición. En este caso deben destruirse los formadores de complejos mediante oxidación con ácido/persulfato y neutralizarse a continuación la muestra con pH 6 – 9.
2. Para la determinación de todo el hierro disuelto y en suspensión, la muestra debe hervirse con ácido/persulfato. Neutralice a continuación con pH 6 – 9 y rellene con agua desionizada de nuevo hasta el volumen original.

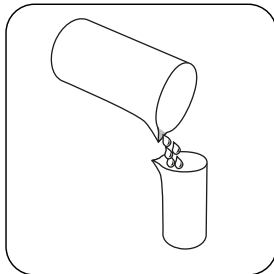
## Notas

1. Para determinar  $\text{Fe}^{2+}$  no añadir el reactivo KS63 (tioglicolato).

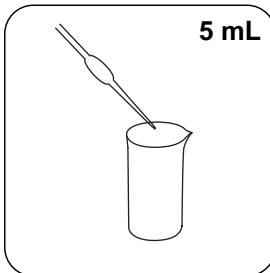


## Disgregación

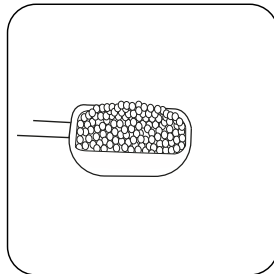
El hierro total se compone de hierro soluble, complejo y suspendido. La muestra no debe filtrarse antes de la medición. Para garantizar una homogeneización de la muestra, las partículas sedimentadas deben distribuirse uniformemente agitando enérgicamente, inmediatamente antes de tomar la muestra. Para la determinación del hierro soluble total (incluidos los compuestos de hierro complejos) es necesario el filtrado de la muestra. Los aparatos y reactivos necesarios para determinar el hierro total no se incluyen en el volumen de suministro estándar.



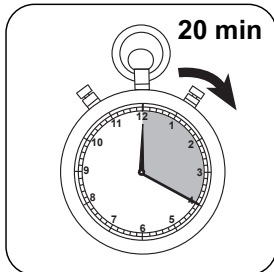
Llenar un recipiente de disgregación apropiado con **50 mL de muestra homogeneizada**.



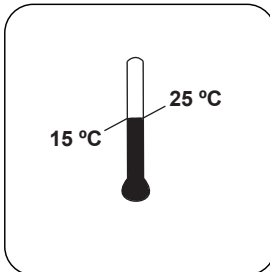
Añadir **5 mL de 1:1 ácido clorhídrico**.



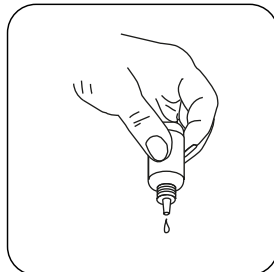
Añadir **una cuchara de KP 962 (Ammonium Persulfat Powder)**.



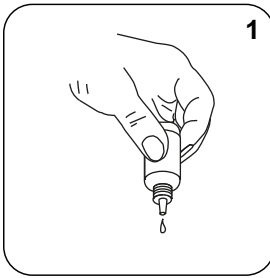
Hervir la muestra durante **20 minutos**. Debe mantenerse un volumen de muestra de 25 mL, si conviene rellenar con agua desionizada.



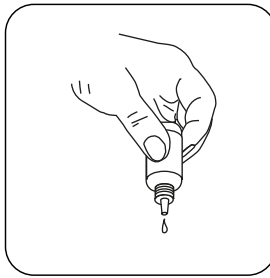
Dejar enfriar la muestra a **temperatura ambiente**.



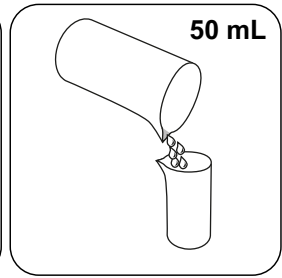
Mantener la botella cuentagotas vertical y añadir gotas del mismo tamaño presionando lentamente.



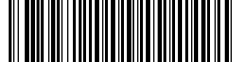
Añadir **1 gotas de Acidity / Alkalinity P Indicator PA1**.



Añadir gota a gota **Hardness Calcium Buffer CH2** en la misma muestra hasta que adquiera una coloración de rosa pálido a roja. **(¡Atención: después de añadir cada gota debe agitarse la muestra!)**



Rellenar la muestra con **agua desionizada hasta 50 mL**.

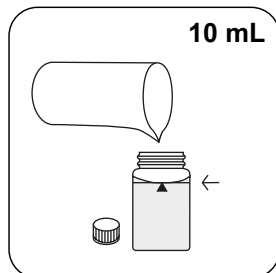


## Ejecución de la determinación Hierro LR (B) con reactivo líquido

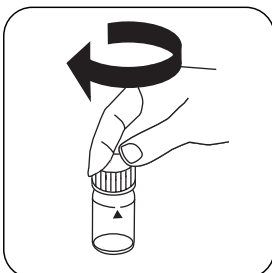
Seleccionar el método en el aparato.

Para este método, no es necesario realizar una medición CERO cada vez en los siguientes dispositivos: XD 7000, XD 7500

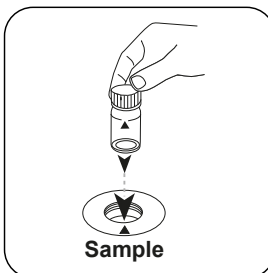
Para una determinación del hierro disuelto total con diferenciación entre  $\text{Fe}^{2+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$ , debe filtrarse la muestra antes de la determinación (porosidad  $0,45 \mu\text{m}$ ). De lo contrario, se determinan conjuntamente las partículas de hierro y el hierro en suspensión.



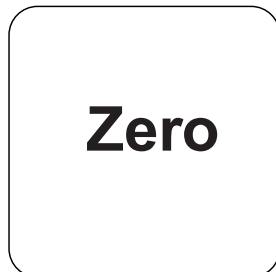
Llenar la cubeta de 24 mm con **10 mL de muestra**.



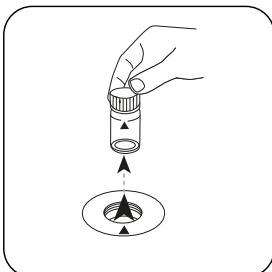
Cerrar la(s) cubeta(s).



Poner la **cubeta de muestra** en el compartimiento de medición. ¡Debe tenerse en cuenta el posicionamiento!

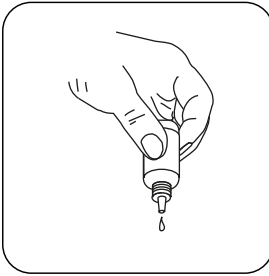


Pulsar la tecla **ZERO**.

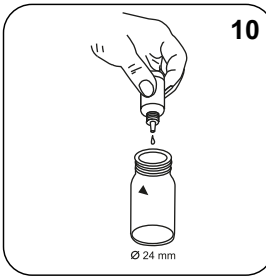


Extraer la cubeta del compartimiento de medición.

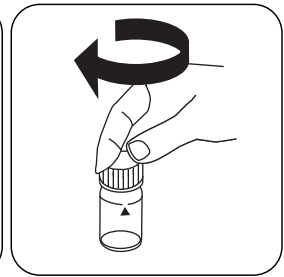
Para los aparatos que **no requieran medición CERO**, empezar aquí.



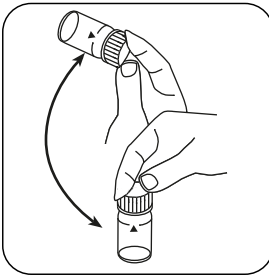
Mantener la botella cuentagotas vertical y añadir gotas del mismo tamaño presionando lentamente.



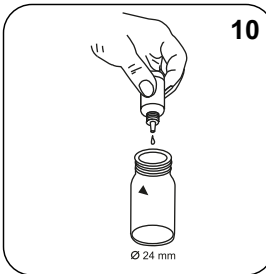
Añadir **10 gotas de KS60 (Acetate Buffer)**.



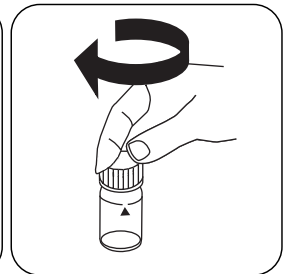
Cerrar la(s) cubeta(s).



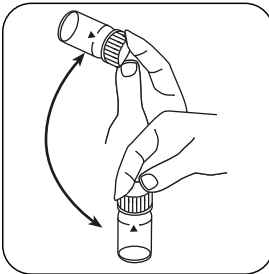
Mezclar el contenido girando.



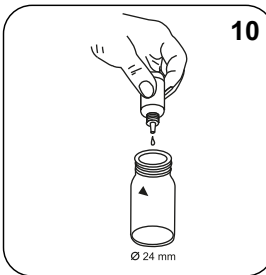
Añadir **10 gotas de Iron Reagent FE6**.



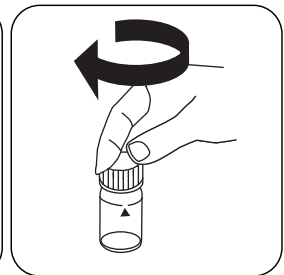
Cerrar la(s) cubeta(s).



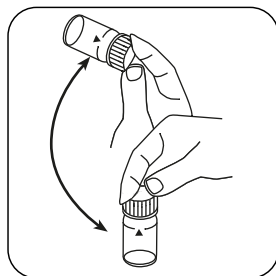
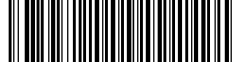
Mezclar el contenido girando.



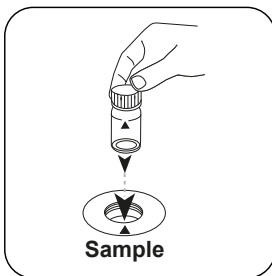
Añadir **10 gotas de KS65 (Ferrozine)**.



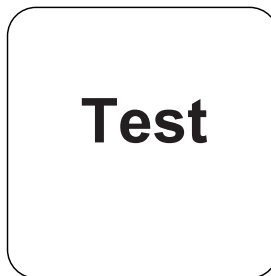
Cerrar la(s) cubeta(s).



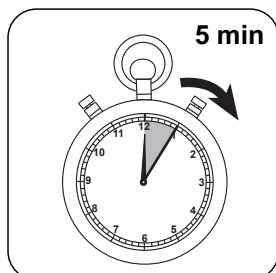
Mezclar el contenido girando.



Poner la **cubeta de muestra** en el compartimiento de medición. ¡Debe tenerse en cuenta el posicionamiento!



Pulsar la tecla **TEST** (XD: **START**).



Esperar **5 minutos como periodo de reacción**.

Finalizado el periodo de reacción se realizará la determinación automáticamente.

A continuación se visualizará el resultado en mg/L  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ .  $\text{Fe}^{3+} = \text{Fe}_{2+/3+} - \text{Fe}^{2+}$ .

## Ejecución de la determinación Hierro, total LR 2 con reactivo líquido

Seleccionar el método en el aparato.

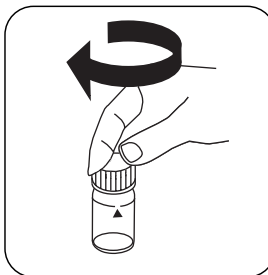
Para la determinación de **Hierro, total LR con reactivo líquido** realizar la **disgregación** descrita.

Para este método, no es necesario realizar una medición CERO cada vez en los siguientes dispositivos: XD 7000, XD 7500

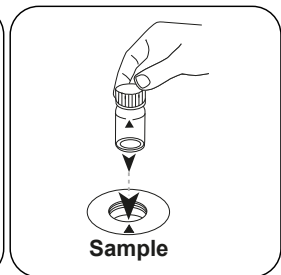
El hierro total se compone de hierro soluble, complejo y suspendido. La muestra no debe filtrarse antes de la medición. Para garantizar una homogeneización de la muestra, las partículas sedimentadas deben distribuirse uniformemente agitando energicamente, inmediatamente antes de tomar la muestra. Para la determinación del hierro soluble total (incluidos los compuestos de hierro complejos) es necesario el filtrado de la muestra. Los aparatos y reactivos necesarios para determinar el hierro total no se incluyen en el volumen de suministro estándar.



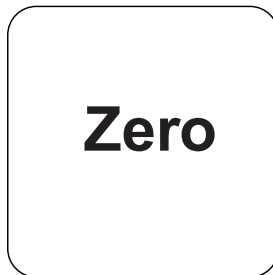
Llenar la cubeta de 24 mm con **10 mL de agua desionizada**.



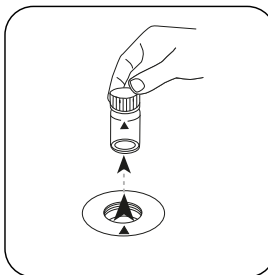
Cerrar la(s) cubeta(s).



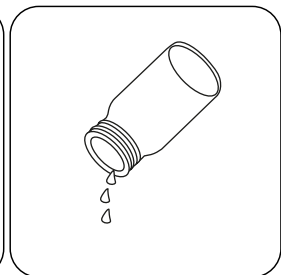
Poner la **cubeta de muestra** en el compartimiento de medición. ¡Debe tenerse en cuenta el posicionamiento!



Pulsar la tecla **ZERO**.



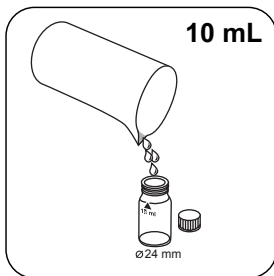
Extraer la cubeta del compartimiento de medición.



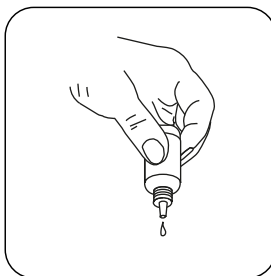
Vaciar la cubeta.

Para los aparatos que **no requieran medición CERO**, empezar aquí.

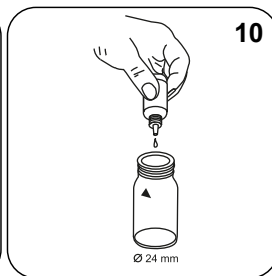




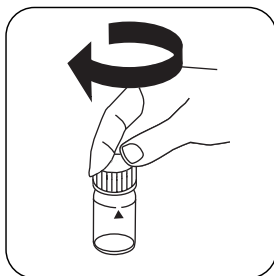
Llenar la cubeta de 24 mm con **10 mL de la muestra preparada** .



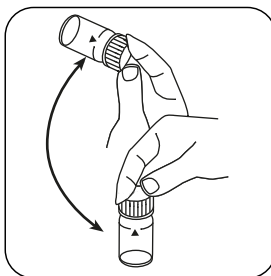
Mantener la botella cuentagotas vertical y añadir gotas del mismo tamaño presionando lentamente.



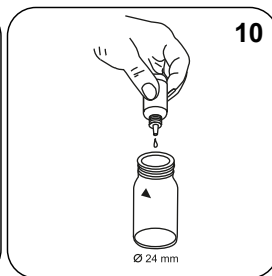
Añadir **10 gotas de KS60 (Acetate Buffer)**.



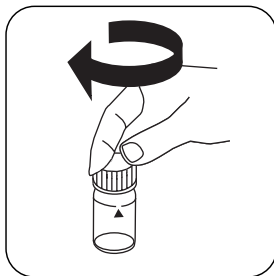
Cerrar la(s) cubeta(s).



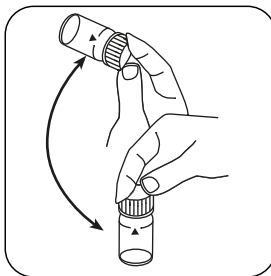
Mezclar el contenido girando.



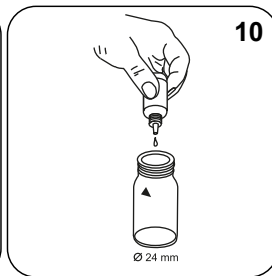
Añadir **10 gotas de Iron Reagent FE6**.



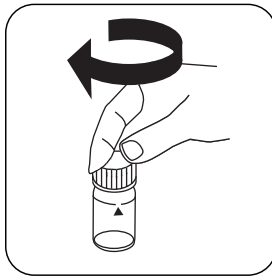
Cerrar la(s) cubeta(s).



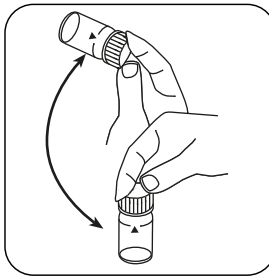
Mezclar el contenido girando.



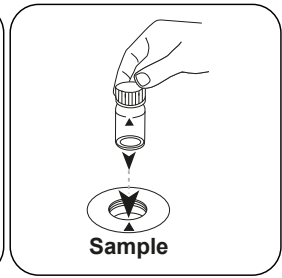
Añadir **10 gotas de KS65 (Ferrozine)** .



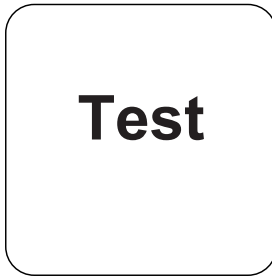
Cerrar la(s) cubeta(s).



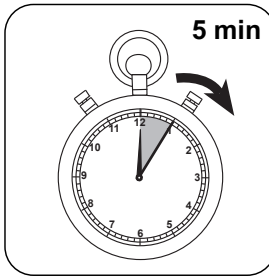
Mezclar el contenido girando.



Poner la **cubeta de muestra** en el compartimiento de medición. ¡Debe tenerse en cuenta el posicionamiento!



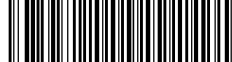
Pulsar la tecla **TEST** (XD: **START**).



Esperar **5 minutos como periodo de reacción**.

Finalizado el periodo de reacción se realizará la determinación automáticamente.

A continuación se visualizará el resultado en mg/L Hierro total o, en caso de utilizar una muestra filtrada, mg/l de Hierro soluble.



## Método químico

Ferrocina / Tioglicolato

## Apéndice

### Función de calibración para fotómetros de terceros


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

|   | ∅ 24 mm                  | □ 10 mm                  |
|---|--------------------------|--------------------------|
| a | $-2.46542 \cdot 10^{-2}$ | $-2.46542 \cdot 10^{-2}$ |
| b | $1.04803 \cdot 10^{+0}$  | $2.25326 \cdot 10^{+0}$  |
| c |                          |                          |
| d |                          |                          |
| e |                          |                          |
| f |                          |                          |

## Interferencia

### Interferencias extraíbles

- Una alta concentración de molibdato produce un color amarillo intenso cuando se usa KS63 (ferrocina/tioglicolato). En este caso, es necesario un ensayo en blanco químico:
  - Preparar dos cubetas limpias de 24 mm.
  - Marcar una cubeta como cubeta en blanco.
  - Añadir **10 ml de muestra** en una cubeta limpia de 24 mm (cubeta en blanco).
  - Añadir en la cubeta **10 gotas de KS63 (tioglicolato)**.
  - Cerrar la cubeta con la tapa y mezclar el contenido girando.
  - Colocar la cubeta en blanco en el compartimiento de medición. ¡Debe tenerse en cuenta el posicionamiento!
  - Pulsar la tecla **ZERO**.
  - Extraer la cubeta del compartimiento de medición.
  - Añadir **10 ml de muestra** en una segunda cubeta limpia de 24 mm (cubeta de muestra).
  - Añadir **10 gotas de KS60 (tampón de acetato)** y proceder como se describe en la ejecución.



| <b>Interferencia</b>         | <b>de / [mg/L]</b> |
|------------------------------|--------------------|
| Co                           | 8                  |
| Cu                           | 2                  |
| Oxalat                       | 500                |
| CN <sup>-</sup>              | 10                 |
| NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> |                    |

**Bibliografía**

D. F. Boltz and J. A. Howell, eds., *Colorimetric Determination of Nonmetals*, 2nd ed., Vol. 8, p. 304 (1978). Carpenter, J.F. "A New Field Method for Determining the Levels of Iron Contamination in Oilfield Completion Brine", SPE International Symposium (2004)