	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade Anexo B Elaborado em 17/02/2012		Nº de Revisão: 01
			Data da Revisão: 15/02/2013
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-EMTAN-CQ-B	Página: 01 de 02

ENSAIO LIMITE PARA FERRO

5.2.6. Ferro

5.2.6.1. Diluir 5 mL da solução utilizada no teste A de identificação a 10 mL com água. Proceder conforme descrito em *Ensaio limite para ferro*. No máximo 0,002% (20ppm).

Método 1

5.2.6.2. *Preparação amostra*: dissolver quantidade da amostra especificada na monografia, ou na **Tabela 2**, ou calculada, em solvente adequado, transferir para tubo de Nessler (capacidade de 50 mL e 22 mm de diâmetro interno). Adicionar água destilada, ou o solvente indicado na monografia, em quantidade suficiente para 40 mL. Adicionar 2 mL de ácido cítrico a 20% (p/v). Fixando-se o volume da *Solução padrão de ferro (100 ppm Fe)* em 1 mL, pode-se calcular o valor de *m* (massa em grama da amostra) pela fórmula:

$$m = \frac{100}{l}$$

sendo *l* o limite de ferro em ppm na matéria-prima.

5.2.6.3. *Preparação padrão*: empregar 10 mL de *Solução padrão de ferro (10 ppm de Fe)* ou 1 mL da *Solução padrão de ferro (100 ppm Fe)*, conforme **Tabela 2**, ou volume calculado, adicionar água destilada, ou o solvente indicado na monografia, em quantidade suficiente para 40 mL. Adicionar 2 mL de ácido cítrico a 20% (p/v).

5.2.6.4. *Procedimento*: concomitantemente, acrescentar aos tubos contendo as preparações amostra e padrão duas gotas de ácido tioglicólico. Homogeneizar, alcalinizar com hidróxido de amônio, completar o volume para 50 mL com água destilada e homogeneizar. Deixar em repouso por 5 minutos. A cor rósea produzida na preparação amostra não deve ser mais intensa do que na padrão.


	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade <u>Anexo B</u> Elaborado em 17/02/2012		N° de Revisão: 01
			Data da Revisão: 15/02/2013
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-EMTAN-CQ-B	Página: 02 de 02

Tabela 2 – Limites de impureza ferro e quantidade correspondentes da matéria-prima para se realizar o ensaio considerando a utilização constante de 1,0 mL da solução padrão de ferro de 100 ppm, que contém 10-4 g de ferro, na preparação padrão

<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de ferro (ppm)</i>	<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de ferro (ppm)</i>
0, 100	1000	0, 4	250
0,105	950	0,5	200
0,111	900	0,667	150
0,116	850	1	100
0,125	800	1,111	90
0,133	750	1,250	80
0,143	700	1,429	70
0,154	650	1,667	60
0,167	600	2	50
0,182	550	2,5	40
0,200	500	3,333	30
0,222	450	5	20
0,250	400	10	10
0,285	350	20	5
0,333	300		