Determinação do ferro total na água de um poço

OBJECTIVOS

- Seleccionar o comprimento de onda mais adequado para a determinação do ferro com fenantrolina.
- Medir e comparar as absorvâncias de várias soluções de concentração conhecida com a da amostra em estudo.
- Avaliar a aplicação da lei de Lambert-Beer.
- Determinar a concentração de ferro numa amostra de água de um poço.

MATERIAL E REAGENTES

- Espectrofotómetro *JENWAY* modelo 6100 e células espectrofotométricas
- Balões volumétricos
- Pipetas volumétricas
- Pipetas graduadas
- Gobelés
- Conta-gotas
- Esguicho
- Pompete
- Balança analítica
- Provetas
- Vareta de vidro
- Espátula

- Computador e *software* para tratamento de dados (Excel)
- Água desionizada
- $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$
- 1,10-fenantrolina monohidratada
- Etanol
- Ácido ascórbico
- Acetato de sódio
- Ácido acético
- HCl conc.
- Amostra de água de um poço (de Ribeirão)

PROCEDIMENTO

PARTE I: Preparação da solução Padrão de Fe^{2+} e soluções reagentes

1. Preparou-se, para um balão volumétrico de 500 mL, uma solução Padrão de Fe^{2+} 28 mg/L, por dissolução de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ em água desionizada. Para manter esta solução estável durante mais tempo, adicionou-se 1 mL de HCl conc.

2. Preparou-se, para um balão volumétrico de 500 mL, uma solução tampão acetato 2 mol dm^{-3} (pH ≅ 4,5).

3. Preparou-se uma solução de ácido ascórbico 1%, por dissolução de 2,5 g do sal em 250 mL de água desionizada. A solução foi colocada num frasco devidamente rotulado e mantida ao abrigo da luz.

4. Preparou-se, para um balão volumétrico de 500 mL, uma solução de 1,10-fenantrolina 0,10%.

PARTE II: Traçado do espectro de absorção de Fe^{2+} com fenantrolina para obter o $\lambda_{máx}$

1. Adicionou-se, para um balão volumétrico de 100 mL, 10 mL de solução padrão de Fe^{2+} 28 mg/L, 10 mL de solução tampão acetato 2 mol dm^{-3}, 5 mL de solução de ácido ascórbico 1% e 5 mL de solução de fenantrolina 0,10%. Perfez-se o volume do balão volumétrico com água desionizada. Deixou-se em repouso durante 15 minutos.

2. Preparou-se a solução de "branco" num balão volumétrico de 100 mL, por adição de 10 mL de solução tampão acetato 2 mol dm^{-3}, 5 mL solução de ácido ascórbico 1% e 5 mL de solução de fenantrolina 0,10%. Perfez-se o volume do balão com água desionizada.

3. Regulou-se o espectrofotómetro para medidas de absorvâncias

4. Ajustou-se a absorvância a zero usando a solução de "branco".

5. Mediu-se e registou-se a absorvância da solução de Fe^{2+} com fenantrolina para comprimentos de onda de 5 em 5 nm. (Em cada medição, ajustou-se a absorvância a zero usando a solução de "branco".)

6. Usou-se o computador e o programa *Microsoft Excel* para traçar o gráfico **Absorvância = f (comprimento de onda)** e obteve-se o espectro de absorção do Fe^{2+} com a fenantrolina.

Confirmou-se que o Fe^{2+} com fenantrolina apresenta absorção máxima ao comprimento de onda 510 nm.

PARTE III: Determinação do teor de ferro numa amostra de água de um poço

1. Prepararam-se 5 soluções padrão de Fe^{2+} de diferentes concentrações, em balões volumétricos de 100 mL, de acordo com as instruções presentes na tabela abaixo. Completou-se o volume de cada balão com água desionizada e deixou-se repousar durante 15 minutos.

Solução padrão	Concentração das soluções padrão (mg/L)	Volume de Solução Padrão de Fe^{2+} 28 mg/L (mL)	Volume de solução tampão 2 mol dm^{-3} (mL)	Volume de solução de ácido ascórbico 1% (mL)	Volume de solução de fenantrolina 0,10% (mL)
1	0,280	1	10	5	5
2	0,560	2	10	5	5
3	1,40	5	10	5	5
4	1,96	7	10	5	5
5	2,80	10	10	5	5

2. Pipetou-se para um balão volumétrico de 100 mL, 10 mL da amostra de água do poço, 10 mL de solução tampão acetato 2 mol dm^{-3}, 5 mL solução de ácido ascórbico 1% e 5 mL de solução de fenantrolina 0,10%. Perfez-se o volume do balão com água desionizada e deixou-se repousar durante 15 minutos.

3. Seleccionou-se no espectrofotómetro para o comprimento de onda 510 nm.

4. Mediu-se e registou-se as absorvâncias das soluções padrão de diferentes concentrações preparadas e da solução amostra de água do poço. Em cada medição, ajustou-se a absorvância a zero usando a solução de "branco".

(OBSERVAÇÃO: Nas medições efectuadas usaram-se sempre as mesmas células de absorção: uma célula de absorção para a solução "branco" e outra para a solução em análise.)

REGISTO DOS DADOS OBTIDOS

Valores de absorvância obtidos para o traçado do espectro de absorção de Fe^{2+} com fenantrolina

λ/nm	Solução de Fe^{2+} com fenantrolina	λ/nm	
	Absorvância		Absorvância
400	0,088	480	0,399
405	0,115	485	0,403
410	0,143	490	0,410
415	0,169	495	0,423
420	0,193	500	0,439
425	0,213	505	0,447
430	0,237	510	0,454
435	0,254	515	0,443
440	0,268	520	0,421
445	0,282	525	0,378
450	0,298	530	0,320
455	0,320	535	0,255
460	0,341	540	0,191
465	0,365	545	0,115
470	0,378	550	0,059
475	0,390	555	0,021

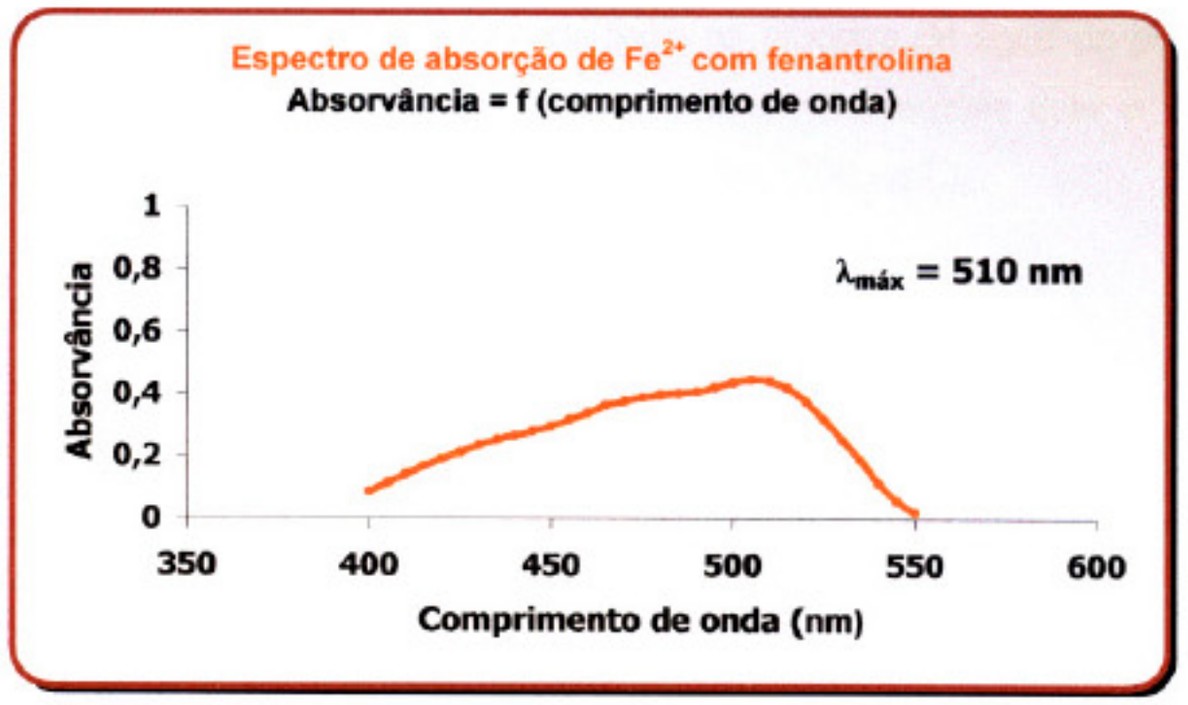
Valores de absorvância obtidos para as soluções padrão de Fe^{2+} de diferentes concentrações e para a solução amostra de água do poço

Soluções	Absorvância ($\lambda_{máx}$= 510 nm)
Padrão 1	0,054
Padrão2	0,110
Padrão3	0,283
Padrão 4	0,402
Padrão 5	0,567
Amostra de água do poço	0,400

TRATAMENTO DOS DADOS E RESULTADOS OBTIDOS

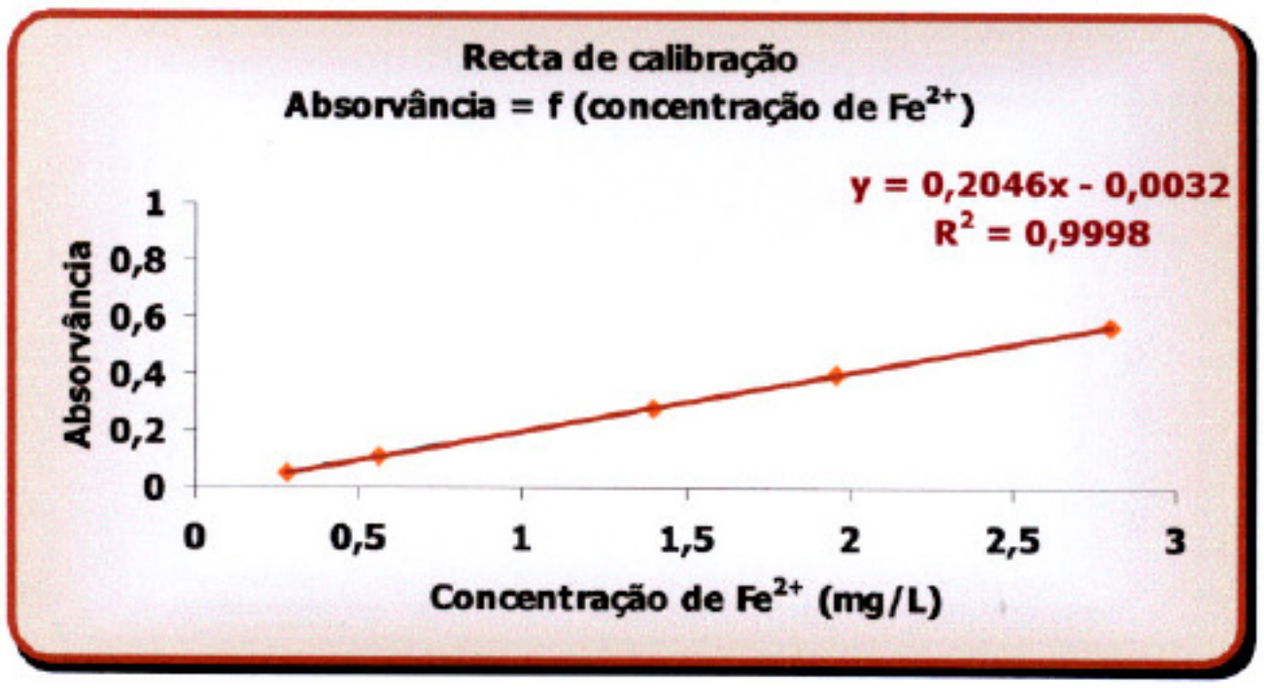
Espectro de absorção de Fe^{2+} com fenantrolina

Usando o computador e o programa *Microsoft Excel*, foi traçado o espectro de absorção com os valores de absorvância e de comprimento de onda para o Fe^{2+} com a fenantrolina



Determinação do teor de ferro na amostra de água do poço

Usando o computador e o programa *Microsoft Excel*, foi traçada a recta de calibração com os valores de absorvância e da concentração das diferentes soluções padrão. Por interpolação gráfica na recta de calibração, foi determinada a concentração de ferro na amostra de água do poço.



ABSORVÂNCIA DA AMOSTRA DE ÁGUA DO POÇO: 0.400

CONCENTRAÇÃO DE FERRO NA AMOSTRA DE ÁGUA DO POÇO: 1,97 mg/L

ANÁLISE E CONCLUSÃO

A recta de calibração obtida, Absorvância *vs* concentração de Fe^{2+}, apresenta excelente linearidade, não se verificando desvios à lei de Lambert-Beer.

O comprimento de onda referente ao máximo de absorção de uma solução de Fe^{2+} com fenantrolina obtido (510 nm), a partir do respectivo espectro de absorção, está de acordo com o valor referenciado na literatura consultada.

O resultado obtido para a concentração de ferro na amostra de água do poço indica que esta é imprópria para consumo humano, dado que este valor excede quer o **V**alor **M**áximo **R**ecomendável (50 μg/L), quer o **V**alor **M**áximo **A**dmissível (200 μg/L).

Cuidados a ter	↘ Na preparação da solução Padrão de Fe^{2+} deve ser adicionado HCl conc. e, se possível, até colocar um fio de ferro para garantir a estabilidade desta solução por um período maior de tempo. ↘ A solução de ácido ascórbico deve ser preparada na altura de ser usada devido ao facto ser uma solução pouco estável. ↘ As medições da absorvância das soluções deve ser feita utilizando sempre a mesma célula de absorção, garantindo assim, as mesmas condições na análise.
Função das soluções de ácido ascórbico, fenantrolina e tampão acetato	↘ Para determinar o teor de ferro total numa água, reduz-se o ferro (III) a ferro (II) com ácido ascórbico. O ferro (II) reage fenantrolina formando um complexo corado vermelho-alaranjado, cuja concentração é determinada por espectrofotometria. ↘ A intensidade da cor é independente da acidez do meio no intervalo de pH de 2 a 9, mas o pH é mantido entre 2,5 e 4,5 para garantir que todo o Fe^{3+} é reduzido a Fe^{2+}.