	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE					
	FERRO					
	MÉTODO COLORIMÉTRICO DA FENANTROLINA					
Código:	POP80	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

1. OBJETIVO

Estabelecer procedimento para se obter a concentração de ferro em uma amostra coletada.

2. EXECUTANTE

Alunos, bolsistas e técnico (a) do laboratório.

3. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Roteiro de aula prática.

4. CONDIÇÕES/MATERIAIS OU EQUIPAMENTOS


4.1 Materiais e Equipamentos:

- Espectrofotômetro para uso no comprimento de onda de 510 nm;
- Cubetas com espaço interno de 10 mm ou maior;
- Banho-maria;
- Estufa de secagem na faixa 103 – 105°C;
- Forno mufla 550°C;
- Chapa térmica;
- Agitador magnético provido de dispositivo de aquecimento;
- Hastes magnéticas revestidas de teflon;
- Equipamento de filtração a vácuo, incluindo bomba de vácuo, suporte de membrana com funil de filtração e frasco de filtração;
- Membrana de filtração de éster de celulose de 0,45 µm de porosidade;
- Filtro de vidro fundido;
- Erlenmeyer (125 mL);
- Balão volumétrico (50, 100 e 1000 mL);
- Frascos de solução;
- Frascos de coleta de amostra de borossilicato de volumes variáveis;
- Funil separador (125 mL);
- Cápsula de porcelana ou de sílica;
- Pérolas de vidro;
- Pipeta volumétrica (50 mL);
- Pipeta sorológica (1, 2, 5, 10 mL);
- Conta gotas;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg;

4.2 Reagentes e Soluções:

- Água destilada livre da presença de ferro;
- Ácido clorídrico concentrado (HCl);
- Éter isopropílico $\{[(CH_3)_2CH]_2\}$;
- Solução de hidroxilamina;
- Solução tampão de acetato de amônio;
- Solução de acetato de sódio;

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE					
	FERRO					
	MÉTODO COLORIMÉTRICO DA FENANTROLINA					
Código:	POP80	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

- Solução de fenantrolina;
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado;
- Solução estoque de ferro;
- Soluções padrão de ferro;
- Solução de permanganato de potássio 0,1N.

5. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES

a) Para ferro total

- Verter 50 mL de amostra bem homogeneizada ou uma alíquota menor diluída para 50 mL, num frasco erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 2 mL de ácido clorídrico concentrado e 1 mL de solução de hidroxilamina.
- Adicionar algumas pérolas de vidro e ferver em chapa térmica até que o volume tenha sido reduzido para 15 a 20 mL.
- No caso de amostra cujo resíduo tenha sido ignizado, removê-lo da cápsula com 5 mL de água e 2 mL de ácido clorídrico concentrado, transferir para um frasco erlenmeyer de 125 mL, elevar o volume para 50 mL com água destilada, adicionar 1 mL de solução de hidroxilamina e ferver até que o volume tenha sido reduzido para 15 a 20 mL.
- Resfriar para a temperatura ambiente e transferir para um balão volumétrico de capacidade compatível com o volume final requerido (por exemplo 100 mL).
- Adicionar 10 mL da solução tampão de acetado de amônio e 4 mL da solução quelante de fenantrolina. Completar o volume com água, misturar e deixar por, pelo menos, 10 a 15 min para o desenvolvimento pleno da cor.
- Medir as absorbâncias a 510 nm

b) Para ferro dissolvido

- Filtrar a amostra recém-coletada através de uma membrana de filtração de 0,45 µm de porosidade recolhendo o filtrado num frasco de filtração contendo 1 mL de HCl concentração para cada 100 mL de amostra.
- Analisar o filtrado para a determinação de ferro dissolvido total conforme o processo descrito em “a”, acima.


c) Para ferro suspenso

- Calcular por diferença entre as concentrações de ferro total e ferro dissolvido.

d) Para ferro ferroso

- Devido à possibilidade de oxidação em contato com o ar o ferro ferroso deve ser analisado imediatamente após a amostragem, preferencialmente no local da coleta da amostra.
- Coletar a amostra diretamente da fonte de amostragem enchendo completamente o frasco de coleta. Acidificar com 2 mL de HCl por cada 100 mL de amostra e manter o frasco bem tampado, até o início da análise.
- Para um frasco erlenmeyer de 125 mL, transferir 50 mL da amostra acidificada para análise. Adicionar 20 mL da solução de fenantrolina e 10 mL de acetato de amônio e agitar fortemente.
- Diluir para 100 mL, esperar pelo menos 5 minutos, mas não mais que 10 minutos, protegendo contra a exposição à luz do sol e medir a absorbância a 510 nm.

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE					
	FERRO					
	MÉTODO COLORIMÉTRICO DA FENANTROLINA					
Código:	POP80	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

- Para alíquotas de amostras contendo massas de ferro total maiores que 50 µg usar volumes proporcionalmente maiores, de solução de fenatrolina (por exemplo para até 100 µg de ferro total usar 40 mL de fenantrolina) ou soluções mais concentradas.

e) Cálculo da concentração de ferro férrico

- Subtrair a concentração de ferro ferroso da concentração de ferro total.

f) Preparação da curva de calibração e considerações sobre medidas fotométricas.

A curva de calibração deve ser preparada com base em medidas de absorvância de padrões de ferro tratados de acordo com o procedimento para a determinação de ferro total, sempre que um novo tampão de acetato de amônio for preparado.

Preparar uma série de até 10 padrões na faixa de concentrações adequada à determinação dos teores de ferro das amostras. Transferir volumes de solução padrão contendo massas definidas do metal, para balões volumétricos de 50 mL, completar o volume com água destilada e verter para frascos erlenmeyer de 125 mL. Independentemente da forma do ferro que está sendo analisada, aplicar a sequência de execução do método para a determinação de ferro total.

Para o volume final de 100 mL, o uso de uma cubeta de 1 cm de espaço interno é adequado quando o conteúdo de ferro nesse volume estiver na faixa de 100 – 400 µg. Para teores menores (µg) cubetas de 2 cm (20 - 80) e até 10 cm (10 - 40) podem ser utilizadas.

Zerar o instrumento a 510 nm com uma prova em branco constituída por água destilada tratada de modo idêntico aos padrões e amostras.


No caso de amostras coloridas e/ou turvas deve ser preparada uma prova em branco de cada amostra da qual é obtida a adição do reagente fenantrolina. Essa prova em branco é usada para zerar o instrumento fotométrico antes da medida de absorvância de cada amostra submetida ao tratamento colorimétrico completo. Usar a curva de calibração normal para, a partir das medidas de absorvância, obter as correspondentes concentrações.

g) Análise de ferro em amostras contendo interferentes orgânicos

Amostras contendo concentrações apreciáveis de material orgânico, como é o caso de águas residuárias domésticas brutas ou tratadas, devem ser digeridas ou através do método de digestão com os ácidos nítrico e sulfúrico. Da amostra digerida, cujo volume tenha sido corrigido para o volume original (100 mL) com água destilada livre da presença de ferro, tomar 10 mL ou um volume contendo entre 20 e 500 µg Fe (se o volume medido for menor 10 mL, completá-lo com água destilada livre de ferro para 10 mL), transferir para um funil separador de 125 mL. Adicionar 1,5 mL de HCl concentrado para cada mililitro de amostra, misturar, resfriar e extrair o ferro contido no meio ácido.

Para extrair, agitar por 30 segundos com 25 mL de éter isopropílico {[CH₃]₂CH]₂O}. Transferir a camada aquosa ácida para um segundo funil separador de 125 mL, adicionar 25 mL de éter isopropílico, extrair repetindo o procedimento anterior, drenar a camada aquosa ácida e combinar as duas porções de solvente no primeiro funil separador. Retornar a camada de água e ácido para o segundo funil e reextrair com 25 mL de éter isopropílico. Desprezar a camada aquosa ácida e adicionar a camada de éter isopropílico ao primeiro funil separador. Juntar 25 mL de água destilada livre da presença de ferro aos extratos de éter isopropílico para solubilizar ferro na fase aquosa e transferir a camada de água para um balão volumétrico de 100 mL. Repetir a extração com uma segunda porção de 25 mL de água destilada livre da presença de ferro, adicionando esta ao primeiro extrato aquoso. Desprezar o éter.

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE					
	FERRO MÉTODO COLORIMÉTRICO DA FENANTROLINA					
	Código:	POP80	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018

Proceder à colorimetria, adicionando 1 mL de solução de hidroxilamina, 10 mL de solução de fenatrolina e 10 mL de solução de acetato de sódio. Diluir para 100 mL com água destilada livre da presença de ferro, misturar e deixar por 10 minutos desenvolvendo a cor. Medir a absorvância a 510 nm e o teor de ferro no volume final de 100 mL em µg (C).

6. RESULTADOS ESPERADOS

-

7. DEFINIÇÕES E CONCEITOS

7.1 Cálculos necessários:

A concentração de ferro (mg/l) na amostra é obtida da seguinte expressão:

$$\text{Fe (mg/l)} = \frac{C}{VA}$$

C – massa de ferro num volume final igual a 100 mL, µg.

VA – volume de amostra analisado, mL.

8. INSTRUÇÕES DE SEGURANÇA

- Equipamentos de proteção individual (EPIs) – Jaleco, sapato fechado, calça comprida, luva de látex e óculos.
- Consultar a **FISPQ** dos reagentes usados no preparo das soluções.

9. DESTINO OS RESÍDUOS GERADOS

-

10. ANEXOS

-

11. CONTROLE DE REVISÕES

REVISÃO	DATA DE APROVAÇÃO	NATUREZA DA REVISÃO
00		– Criação do documento
01		– Revisão de formatação e adequação ao QLAB

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César