

EXPERIMENTO 1 – Determinação espectrofotométrica de ferro

1ª PARTE: Determinação do comprimento de onda para análise

- (i) Transferir um volume adequado da solução estoque de Fe para um balão volumétrico de 25 mL, suficiente para preparar uma solução 5 mg L^{-1} . Adicionar 2,5 mL de solução tampão para manter o pH entre 3,0 e 9,0 (testar com indicador). Acrescentar 2,5 mL de solução de ácido ascórbico 1% m/v e aguardar aproximadamente 5 min para que a reação esteja completa.
- (ii) Adicionar 2,5 mL de solução 1,10-fenantrolina e diluir até a marca. Aguardar 10 min para que se desenvolva a coloração vermelha.
- (iii) Ajustar o comprimento de onda em 400 nm e “zerar” a absorvância utilizando água destilada.
- (iv) Determinar a transmitância e a absorvância entre 400 nm e 600 nm, com incrementos de 10 nm. A cada incremento de comprimento de onda, ajustar o 100% de transmitância. Traçar o gráfico de transmitância e de absorvância em função do comprimento de onda e determinar o $\lambda_{\text{máx}}$.

2ª PARTE: Quantificação

- (i) Para o preparo das soluções de calibração, adicionar volumes adequados da solução estoque de Fe para preparar soluções contendo entre 1 e 5 mg L^{-1} de Fe em balões de 25 mL. Preparar, também, um “branco” da curva de calibração.
- (ii) Adicionar 2,5 mL de solução tampão e 2,5 mL de solução de ácido ascórbico 1% m/v em cada balão.
- (iii) Aguardar 5 min para que a reação esteja completa e adicionar 2,5 mL de solução de 1,10-fenantrolina. Diluir para 25 mL e aguardar 10 min.
- (iv) Selecionar o comprimento de onda de máxima absorção no aparelho.
- (v) Determinar a absorvância das soluções de calibração.
- (vi) Determinar a absorvância da amostra.

Preparo da amostra: calcular a concentração de Fe no produto comercial. Diluir apropriadamente a amostra, de modo que a concentração da solução diluída esteja compatível com a faixa de trabalho da curva de calibração. Adotar o mesmo procedimento descrito na parte 2 para o preparo da amostra. Se possível, utilizar um “branco” da amostra para corrigir transmitância e absorvância.