	<p align="center">Componente Curricular: Análise Química Instrumental</p> <p align="center">Prof. Barbosa</p> <p align="center">4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios</p>
--	--	--

DETERMINAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA DE FERRO EM AMOSTRAS DE SUPLEMENTO

1.0 - Introdução

O ferro é um nutriente essencial para a vida e atua principalmente na síntese (fabricação) das células vermelhas do sangue e no transporte do oxigênio para todas as células do corpo. A ingestão deficiente de ferro é muito mais comum do que se imagina, tanto que no Brasil, existem programas governamentais de combate à carência de ferro; na alimentação da população.

Os homens adultos necessitam de 10 mg/dia, as mulheres adultas requerem 15 mg/dia, gestantes requerem 30 mg/diárias, e nutrientes de 16 a 19 mg/dia, crianças variam de 6 a 12 mg/dia, conforme as recomendações dietéticas internacionais. Como a alimentação é a nossa principal fonte de ferro temos que ter uma dieta bem balanceada, mas em algumas situações não consegue-se ter uma ingestão mínima deste nutriente, o que gera uma série de danos no nosso corpo, como por exemplo a anemia.

Anemia é definida pela Organização Mundial de Saúde (OMS) como a condição na qual o conteúdo de hemoglobina no sangue está abaixo do normal como resultado da carência de um ou mais nutrientes essenciais, seja qual for a causa dessa deficiência. As anemias podem ser causadas por deficiência de vários nutrientes como Ferro, Zinco, Vitamina B12 e proteínas. Porém, a Anemia causada por deficiência de Ferro, denominada anemia ferropriva, é muito mais comum que as demais. Estima-se que 90% (das anemias sejam causadas por carência de Ferro).

No mercado já existem diversos medicamentos para complementar a deficiência de ferro de nossa alimentação, mas como a grande ingestão de ferro pode causar problemas de saúde. Por ventura, se torna necessário que tais medicamentos indiquem com precisão a sua concentração de ferro, por tanto, possuir uma boa técnica de análise, tanto no aspecto econômico como temporal, se torna essencial para o fabricante.

O objetivo desta prática é justamente esse, fazer uma análise da concentração de ferro de um medicamento (**Biotônico Fontoura**), essa análise será feita por meio espectrofotométrico usando curva de calibração, via método direto e adição de padrão.


2.0 - Procedimento Experimental

2.1 – Material, Reagentes e Soluções

1. Pipetas volumétricas 5, 10 e 50 mL.
2. Balões volumétricos de 50 mL .
3. Proveta graduada 10 mL.
4. Béquer 250mL. Cubetas para espectrofotometria.
5. Sulfato ferroso heptahidratado $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
6. Ácido nítrico concentrado,
7. Água oxigenada 30 volumes H_2O_2 ,
8. Ácido ascórbico 1% (m v-1)
9. Orto-fenantrolina 0,25% (m v-1)
10. Acetato de amônio 2,0 mol L⁻¹.
11. Megatônico

2.2 - Preparo das soluções da curva de calibração

A partir da solução estoque de 1000 mg/L de Fe (II) preparar, por diluição, uma solução intermediária de 20 mg/L. A partir desta última solução, preparadas soluções com 0,124 mg/L, 0,248 mg/L, 0,500 mg/L, 1,00 mg/L, 1,500 mg/L e 2,00 mg/L de Fe (II). Para isto, tomar 6 balões de 50 mL e transfer para cada balão, com auxílio de uma pipeta, os volumes necessários da solução de 20 mg/L de Fe (II), para que sejam obtidas as concentrações desejadas. Posteriormente, adicionar 2 mL de ácido ascórbico 1% m/v (homogeneizar após esta adição), 2 ml de ortofenantrolina 0,25% m/v e 10 mL de acetato de amônio 2 mol L⁻¹ Completar o volume dos balões com água destilada. Prepar também uma prova em branco [todos os reagentes, exceto Fe (II)].

	<p align="center">Componente Curricular: Análise Química Instrumental</p> <p align="center">Prof. Barbosa</p> <p align="center">4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios</p>
--	--	--

2.3 - Preparo da amostra

Em um béquer de 100 mL, adicionar a 1 mL da amostra do Biotônico®, 10 mL de HNO₃ concentrado e aquecer em temperatura branda de 30 a 40 minutos, esse aquecimento é feito com um vidro de relógio sobre o béquer e tendo o cuidado de não deixar solução secar. Quando o marrom inicial ficar bem mais claro na solução retirar o béquer do aquecimento e adicionar lentamente 5 mL de H₂O₂ (30 volumes).

Levar novamente a amostra ao aquecimento por mais 5 minutos, em seguida retirar o béquer do aquecimento e adicionar outros 5 mL de H₂O₂, da mesma maneira que foi feito anteriormente e voltar ao aquecimento. Após a solução estar totalmente límpida, reduzir o volume até quase a secura.

Esfriar a amostra e transferir o volume para um balão de 50 mL, adicionar 2 mL de ácido ascórbico, 2 mL de ortofenantrolina e 10 mL de acetato de amônio, em seguida o volume do balão deve ser completado com água destilada e homogeneizado

2.4 - Leitura das absorvâncias

2.4.1 - Método direto

O espectrofotômetro deve ser ajustado para um comprimento de onda de 510 nm. Ajustar o 0% e 100% de transmitância, empregando a solução da prova em branco. Em seguida efetuar as leituras das amostras preparadas da mais diluída para a mais concentrada. Entre uma leitura e outra as cubetas devem ser lavadas com água destilada e secas com papel absorvente macio.

2.4.2 Método da Adição Padrão

Transferir uma alíquota de 20 mL da solução estoque para balão de 50 mL, adicionando 4 mL de ácido ascórbico, 4 mL de ortofenantrolina e 20 mL de acetato de amônio. Completar o volume com água destilada e homogeneizar.

Pipetar 4 alíquotas de 10 mL desta solução e transferir para balões volumétricos de 50 mL, em seguida acrescentar 0, 5, 10 e 15 mL da solução padrão preparada para a curva de calibração e depois completar com água destilada.

As absorvâncias devem ser feitas com um comprimento de onda de 510 nm.

3.0 - Resultados e Discussão

Para obtenção dos dados é necessário tomar alguns cuidados para evitar imprevistos, estes serão:

Acidificar a solução padrão estoque até pH próximo de 2,0 para evitar a oxidação do ferro(II) para ferro(III), pois a ortofenantrolina complexa com o ferro(II) formando [Fe(o-fen)₃]²⁺, figura 1. Então tiremos de garantir que todo o ferro presente na solução estoque estava na forma de ferro(II), por que caso contrário, todos os dados obtidos iram ser de origem duvidosa.

Com os dados obtidos no experimento, constrói-se as seguintes tabelas abaixo.

Dados da tabela segue como exemplo

TABELA 1: Concentrações e as suas respectivas absorvâncias pelo método direto.

Concentração (mg/L)	Absorvância
0,124	0,028
0,248	0,054
0,5	0,087
1	0,198
1,5	0,251
2	0,393


	Componente Curricular: Análise Química Instrumental	Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios
	Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental	

TABELA 2 : Adição de padrão.

Volume adicionado (mL)	Absorbância
0	0,061
5	0,337
10	0,585
15	0,432
20	0,415

Com os valores das tabelas 1 e 2 foram construídos os gráficos 1 e 2 respectivamente, esses gráficos foram obtidos a partir do programa Origin Pro 8.0.

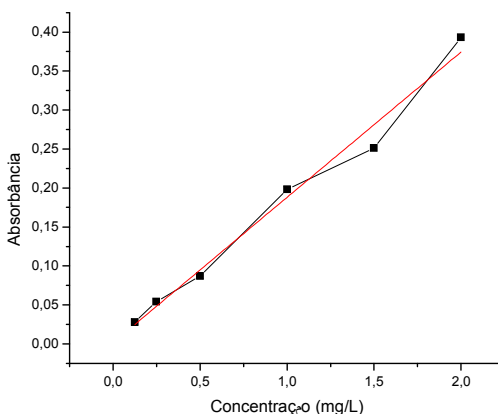


Gráfico 2 : Absorbância x Volume da adição de padrão

Pelo gráfico 1 determinamos a equação da reta que nos dar a relação entre a absorbância e concentração de Fe na amostra a ser analisada.

$$Y(x) = 0,186x + 0,001 \quad \text{Eq. 1}$$


Logo, substituindo o valor da absorbância da amostra no lugar de Y na equação, tem-se:

$$0,115 = 0,186x + 0,001$$

$$X = 0,613\text{mg/L}$$

Ou seja, tem-se uma concentração de Fe^{2+} na amostra do *Biotônico Fontoura*® de 0,613mg/L, essa é concentração determinada utilizando o método de curva de calibração na análise do suplemento alimentar.

A utilização de excesso de fenantrolina na solução com ferro (II) foi preciso para favorecer a intensidade da coloração da solução. Seguindo um dos princípios de equilíbrio químico, no qual diz que a formação de um composto é favorecida adicionando-se excesso de um dos reagentes.

	<p>Componente Curricular: Análise Química Instrumental</p> <p>Prof. Barbosa</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios</p>
--	---	--

A adição de soluções de ácido ascórbico e de acetato de amônio foi necessária para formar uma solução tampão levemente ácida para evitar a formação de hidróxido de ferro (III), que é insolúvel em solução aquosa.

Estando conscientes de todos dados coletados, agora temos base para justificar os resultados obtidos. Os resultados obtidos pela curva de calibração são confiáveis, pois se fizermos os cálculos da concentração real encontraremos o valor de 0,0092mg/15mL de biotônico. Possíveis fontes de erros podem ser cogitadas, e estas são: O método utilizado para preparar a solução amostra, pois este ainda apresentava alguns inconvenientes; A sensibilidade e a cubeta do espectrofotômetro utilizado na obtenção das absorções; As várias diluições feitas na amostra e nos padrões dela para medida de absorção e não se podem dispensar erros do operador durante a realização do experimento.

Devido às várias fontes de erros, sugere-se outro método ou outro tratamento da amostra para uma análise mais confiável. Assim não pudemos determinar nesse experimento qual o método mais exato e preciso apenas com os valores obtidos para concentração do ferro no suplemento apenas por uma metodologia. Comparando com o valor descrito no rótulo (2,25mg/15mL) do produto afirmamos que o método direto é confiável.