

QUI-129 – LABORATÓRIO DE ANÁLISE INSTRUMENTAL

2 / 2019

ROTEIRO DE LABORATÓRIO

Espectrofotometria

Preparo do aparelho

- a) Ligar o espectrofotômetro na tomada (VERIFICAR A VOLTAGEM CORRETA);
- b) Esperar 15 minutos para estabilizar a lâmpada;
- c) Escolher o modo absorvância;
- d) Colocar a cubeta contendo água destilada no compartimento de leitura e clicar AUTOZERO;
- e) Colocar a cubeta contendo o complexo no equipamento e realizar a leitura de absorvância.

- **PRÁTICA 2: Estudo de alguns efeitos das propriedades colorimétricas do sistema Fe(III)-1,10-fenantrolina**

➤

Sistema Fe(III)-1,10-fenantrolina

Espectro de absorção

- a) Pipetar 400 µL da solução estoque de Fe(III) para um balão de 10,00 mL;
- b) Acrescentar 100 µL de hidroxilamina (NH₂OH.HCl) 10 % (m/v) e agitar para reduzir o Fe(III) para Fe(II);
- c) Acrescentar 200 µL de acetato de sódio 2 mol L⁻¹ e 200 µL de 1,10-fenantrolina 0,30 % (m/v);
- d) Completar o volume do balão com água destilada e homogeneizar;
- e) Ler os valores de absorvância do complexo [Fe(o-phen)₃]²⁺ variando o comprimento de onda de 410 a 590 nm.

Comprimento de onda / nm	Absorvância
410	
430	
450	
470	
490	
510	
530	
550	
570	
590	

Efeito do tempo

- a) Usar a solução prepara no item anterior para estudar o efeito do tempo na estabilidade do complexo $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$;
- b) Ler a absorvância em intervalos regulares de 5 minutos por um período de 20 minutos.

Tempo / min	Absorvância
0	
5	
10	
15	
20	

Efeito do volume de complexante (1,10-fenantrolina)

- a) Preparar 6 balões volumétricos de 10,00 mL usando 400 μL da solução estoque de Fe(III);
- b) Acrescentar 100 μL de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) 10 % (m/v) e agitar para reduzir o Fe(III) para Fe(II);
- c) Acrescentar 200 μL de acetato de sódio 2 mol L^{-1} e diferentes volumes (de acordo com a tabela abaixo) de 1,10-fenantrolina 0,30 % (m/v) com o auxílio de uma micropipeta;
- d) Agitar e completar o volume do balão com água destilada;
- e) Ler os valores de absorvância do complexo $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$ para cada balão volumétrico.

Volume de $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ / μL	Absorvância
30	
60	
90	
120	
150	
180	

Efeito do pH do meio complexante

- a) Preparar 4 balões volumétricos de 10,00 mL usando 400 μL da solução estoque de Fe(III);
- b) Acrescentar 100 μL de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) 10 % (m/v) e agitar para reduzir o Fe(III) para Fe(II);
- c) Acrescentar 200 μL de 1,10-fenantrolina 0,30 % (m/v) com o auxílio de uma micropipeta;
- d) Acrescentar nos balões; 50 μL HCl_{conc} ; 50 μL HCl $0,10 \text{ mol L}^{-1}$; 200 μL de CH_3COONa 2 mol L^{-1} ; 100 μL de NaOH 2 mol L^{-1} , respectivamente.
- e) Agitar e completar o volume do balão com água destilada;
- f) Medir o pH de cada um dos balões;
- g) Ler os valores de absorvância do complexo $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$ variando o pH do meio.

Balão	pH	Absorvância
1		
2		
3		
4		

Questões:

- 1) Discutir clara, porém brevemente, o uso de tiocianato e 1,10-fenantrolina como reagentes colorimétricos para a determinação complexométrica de ferro. Inclua nesta discussão os seguintes pontos: a) tempo de estabilidade do complexo formado, b) quantidade de reagente colorimétrico e c) efeito do pH do meio na formação do complexo.
- 2) Se o complexo $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$ estiver apreciavelmente dissociado, o que você esperaria obter na curva de absorvância *versus* volume de 1,10-fenantrolina?
- 3) Sabe-se que o Fe(II) e a 1,10-fenantrolina formam um complexo 1:3 estável ($[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$). A partir deste fato e dos dados obtidos na curva de absorvância *versus* volume de 1,10-fenantrolina mostre que é possível calcular a concentração molar da 1,10-fenantrolina na solução original usada no laboratório.
- 4) Dentre os sistemas estudados, qual deles você adotaria para realizar uma determinação quantitativa do ferro? Explique o porquê da sua escolha.