

QUI-129 – LABORATÓRIO DE ANÁLISE INSTRUMENTAL

2 / 2019

ROTEIRO DE LABORATÓRIO

Espectrofotometria

Preparo do aparelho

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

➤ *PRÁTICA 3: Determinação espectrofotométrica de ferro em medicamento*

Ajuste de curva de calibração

- Preparar 5 balões volumétricos de 10,00 mL usando diferentes volumes da solução estoque de Fe(III);
- Acrescentar os **demais reagentes** necessários (hidroxilamina, fenantrolina e acetato de sódio, por exemplo) para a reação colorimétrica do ferro com o ligante que apresentou melhores resultados nos estudos da prática 2;
- Agitar e completar o volume do balão com água destilada;
- Ler os valores de absorvância do complexo para cada balão volumétrico.

Análise da amostra por calibração externa

- Preparar 3 balões volumétricos de 10,00 mL usando ____ mL da amostra/ solução amostra;
- Acrescentar os **demais reagentes** necessários para a reação colorimétrica do ferro como realizado para preparar a curva analítica;
- Agitar e completar o volume do balão com água destilada;
- Ler os valores de absorvância do complexo.

Padrão	Volume da solução estoque de Fe(III) / μL	$C_{\text{Fe(III)}} / \text{mol L}^{-1}$	Absorvância
1	100		
2	200		
3	300		
4	400		
5	500		
Amostra 1		---	
Amostra 2		---	
Amostra 3		---	

Análise da amostra por adição de padrão

- Preparar 6 balões volumétricos de 10,00 mL usando ____ mL da amostra / solução de amostra;
- Acrescentar diferentes volumes da solução estoque de ferro (III) e os **demais reagentes necessários** para a reação colorimétrica do ferro como realizado para preparar a curva analítica;
- Agitar e completar o volume dos balões com água destilada;
- Ler os valores de absorvância dos complexos.

Balão	Volume da amostra / mL	Volume da solução estoque de Fe(III) / μL	$[\text{Fe(III)}] / \text{mol L}^{-1}$	Absorvância
Amostra		---		
1		100		
2		200		
3		300		
4		400		
5		500		

Questões:

- Determine a concentração de ferro na amostra analisada usando a curva analítica e a curva de adição de padrão. Compare os valores e discuta os resultados obtidos em termos de "efeito de matriz".
- Compare o valor obtido experimentalmente com aquele fornecido pelo fabricante, calculando o erro relativo e discutindo se o mesmo é aceitável ou não.