Laboratório de Análise Instrumental

Prof. Renato Camargo Matos

http://www.ufjf.br/nupis

PRÁTICAS 2 e 3: Propriedades colorimétricas desejáveis e indesejáveis

Objetivo: Estudar as propriedades colorimétricas de dois sistemas de complexação para o íon ferro, a fim de avaliar a possibilidade de sua utilização na determinação espectrofotométrica deste elemento.

Sistema Fe^{3+} – tiocianato

x

Sistema Fe^{2+} – 1,10-fenantrolina

$[Fe(SCN)]^{2+}$ ⇌ $[Fe(SCN)_2]^{+}$ ⇌ $[Fe(SCN)_6]^{3-}$

Sistema Fe^{3+} – tiocianato

x

Sistema Fe^{2+} – 1,10-fenantrolina

O reagente é uma base orgânica fraca que reage para formar o íon 1,10-fenantrolínio, o-phenH^+, em meio ácido.

$[Fe(o\text{-}phen)_x]^{2+}$

$$Fe^{2+} + x\ o\text{-}phenH^+ \rightleftharpoons [Fe(o\text{-}phen)_x]^{2+} + xH^+$$

A constante de formação para este equilíbrio é de $2{,}5 \times 10^6$ a 25 °C. A absortividade molar do complexo é de $1{,}1 \times 10^4$ em $\lambda_{max} = 510$ nm.

Soluções

- ***Solução padrão de ferro 1,0 x 10^{-3} mol L^{-1}: (Práticas 2 e 3)***
  - Preparar uma solução padrão de ferro pesando-se xxxx g de cloreto férrico $FeCl_3.6H_2O$. Usar um béquer de 25 mL limpo e seco. Solubilizar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Adicionar 40 µL de ácido clorídrico concentrado.

- ***Solução de tiocianato de amônio 0,30 mol L^{-1}: (Prática 2)***
  - Pesar cerca de xxxx g de tiocianato de amônio. Solubilizar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 25,00 mL.

- ***Solução de hidroxilamina 10 %(m/m): (Prática 3)***
  - Pesar cerca de xx g de hidroxilamina. Solubilizar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 10,00 mL.

- ***Solução de o-fenantrolina 0,3 %(m/m): (Prática 3)***
  - Pesar cerca de xxxx g de o-fenantrolina. Solubilizar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Adicionar 2 gotas de ácido clorídrico concentrado.

Espectro de absorção

Pipetar Fe(III)

Pipetar NH_4SCN ou 1,10-fenantrolina

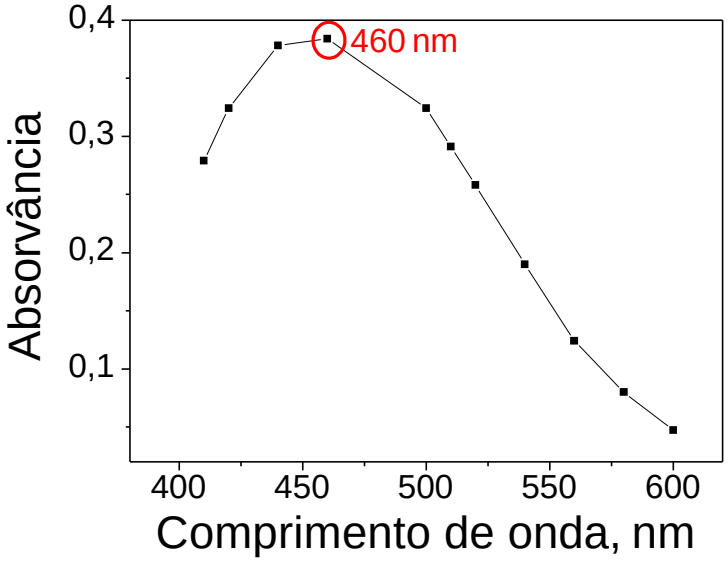
Adicionar $NH_2OH.HCl$ e acetato de sódio ????

Balão volumétrico de 10,00 mL

Medir os valores de absorvância nos comprimentos de onda variando de 410 a 600 nm

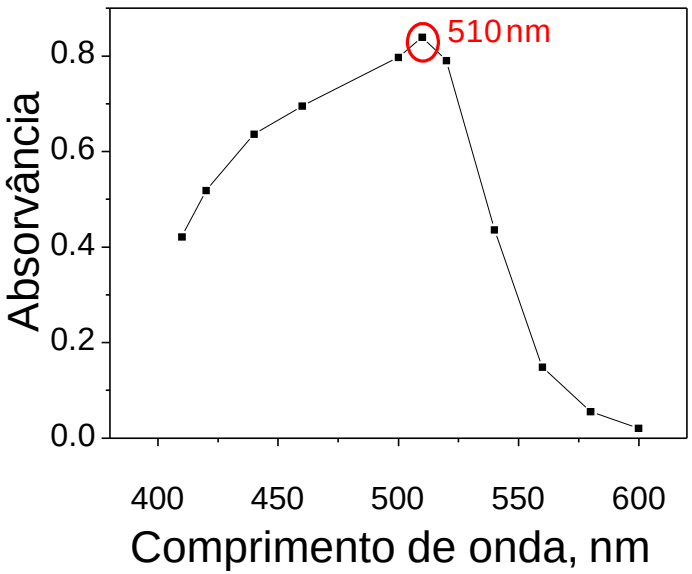
Solução de Fe(III) – 1,0 x 10^{-3} mol/L V_f = 25,00 mL
Solução de NH_4SCN – 0,30 mol/L V_f = 25,00 mL

Espectro de absorção

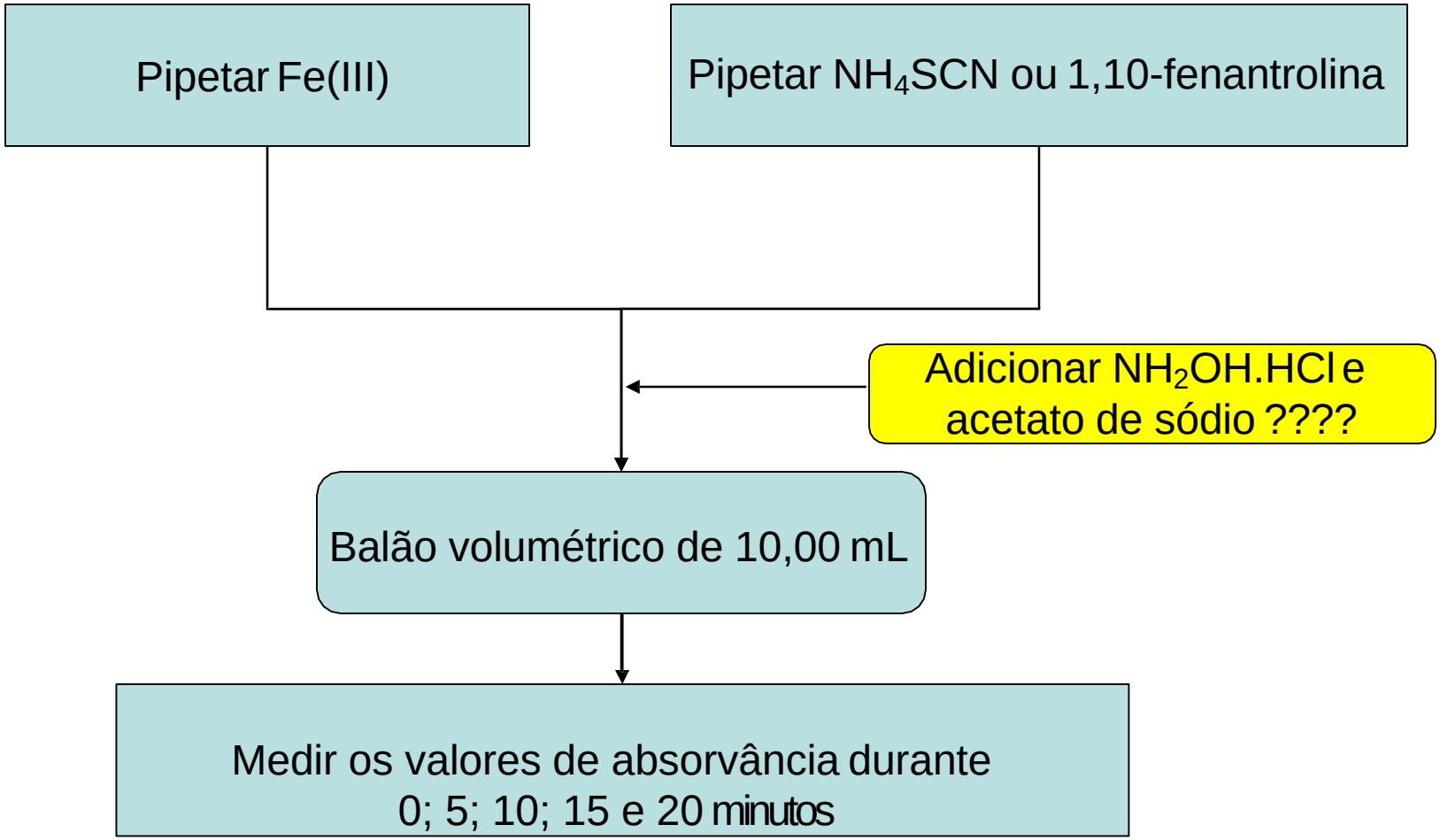


Sistema Fe(III) - tiocianato

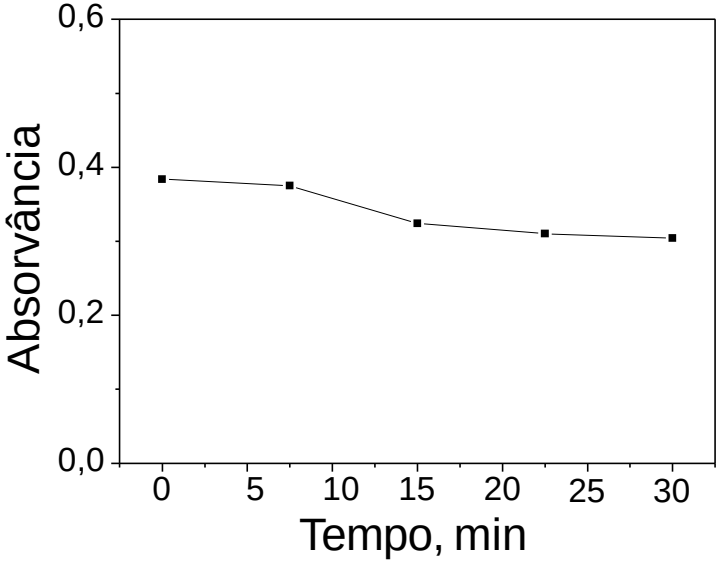
Sistema Fe(II) – 1,10-fenantrolina



Efeito do tempo

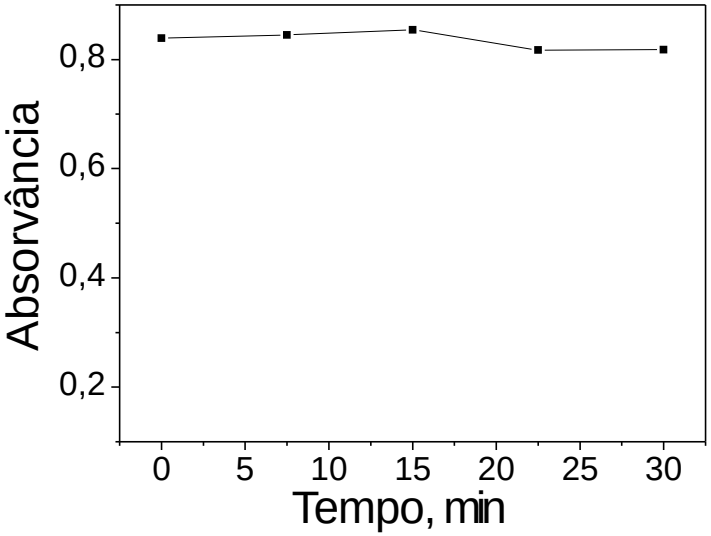


Efeito do tempo

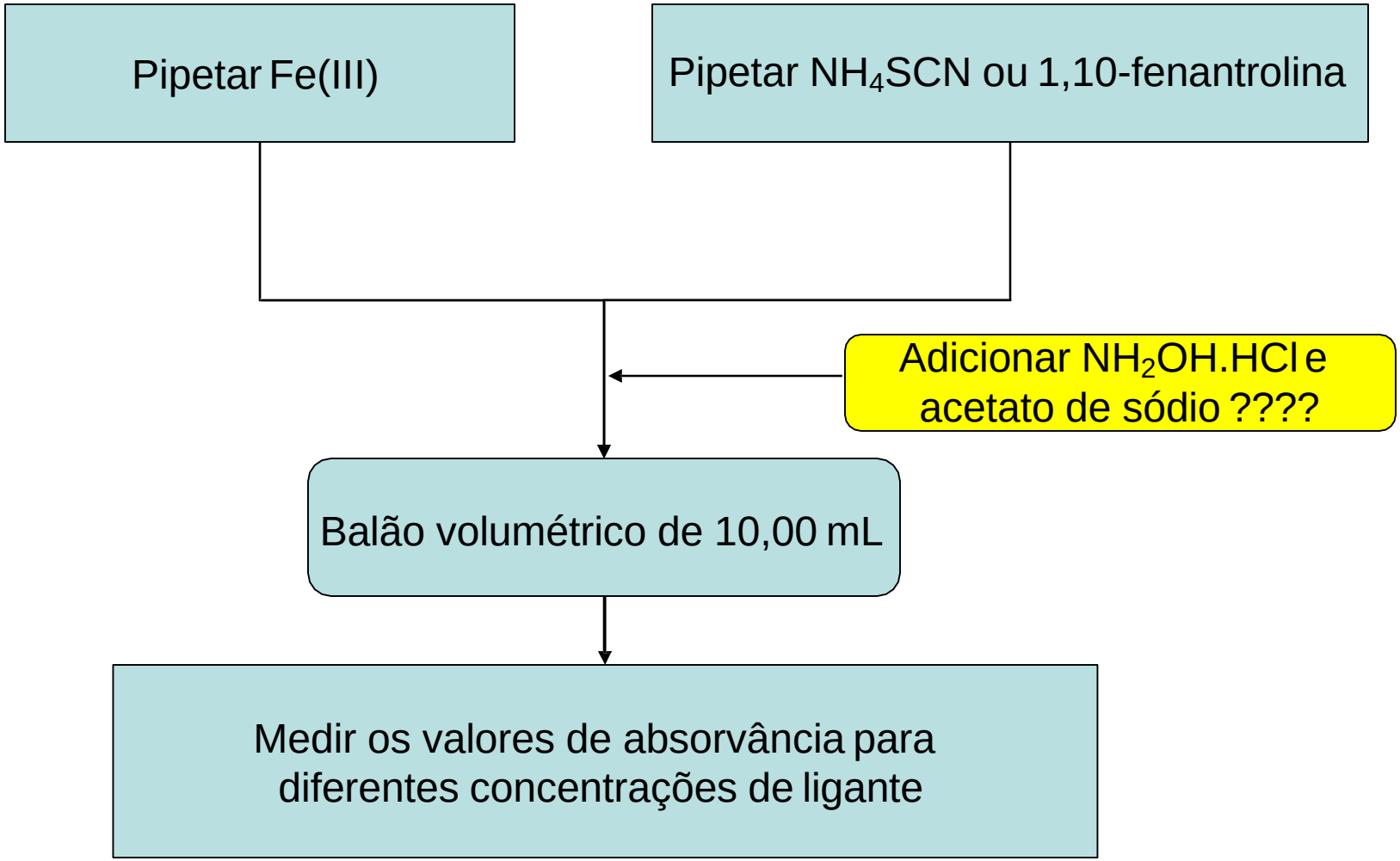


Sistema Fe(III) - tiocianato

Sistema Fe(II) – 1,10-fenantrolina

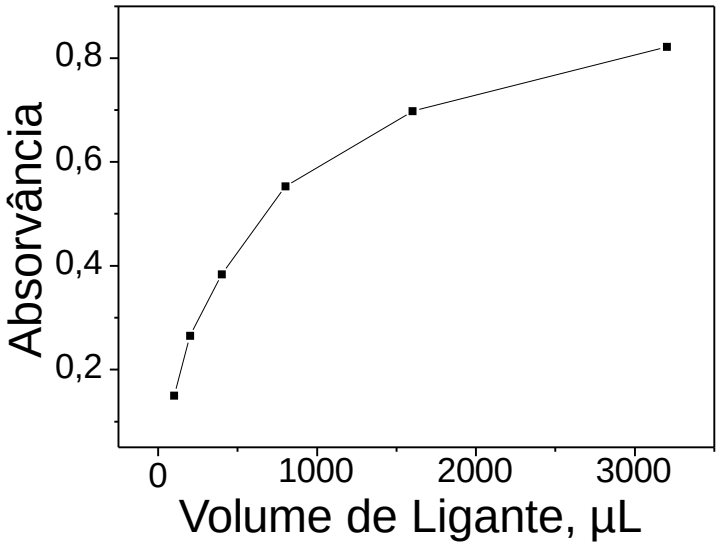


Efeito do volume de complexante



Volume de tiocianato/µL: 100; 200; 400; 800; 1600 e 3200
Volume de 1,10-fenantrolina/µL: 30; 60; 90; 120; 150 e 180

Efeito do volume de complexante

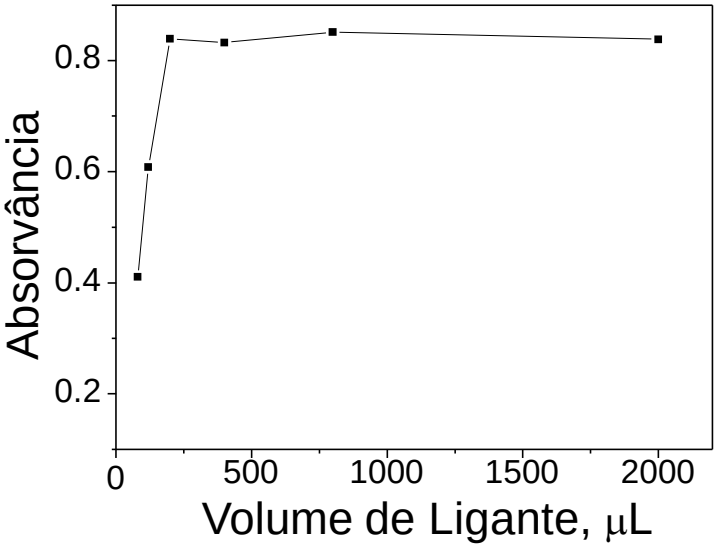


Sistema Fe(III) - tiocianato

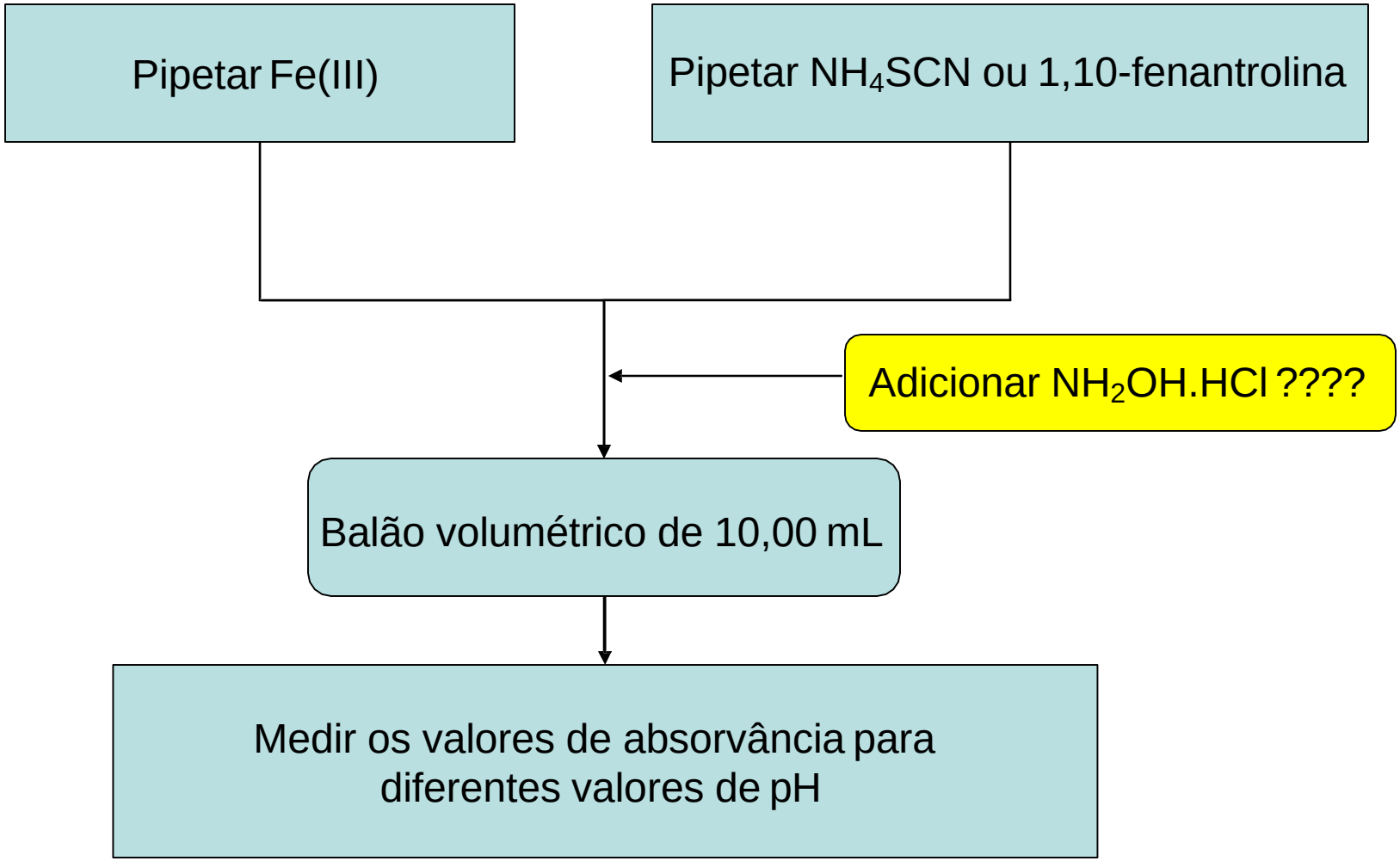
$$[Fe(SCN)]^{2+} \rightleftharpoons [Fe(SCN)_2]^{+} \rightleftharpoons [Fe(SCN)_6]^{3-}$$

Sistema Fe(II) – 1,10-fenantrolina

$$Fe^{2+} + x\ o\text{-}phenH^{+} \rightleftharpoons [Fe(o\text{-}phen)_x]^{2+} + x\ H^{+}$$



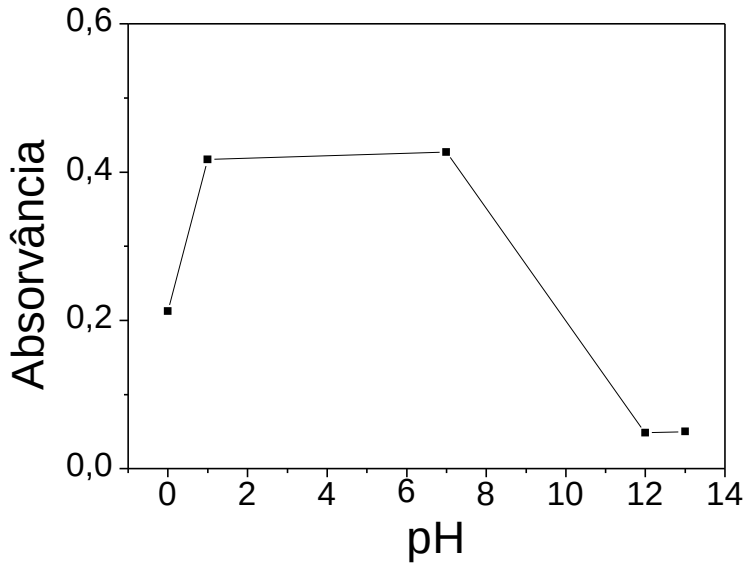
Efeito do pH



Fe-tiocianato: 50 µL HCl_{conc}; 50 µL HCl 0,10 mol L^{-1}; 0, 20 µL e 100 µL de NaOH 2,0 mol L^{-1}

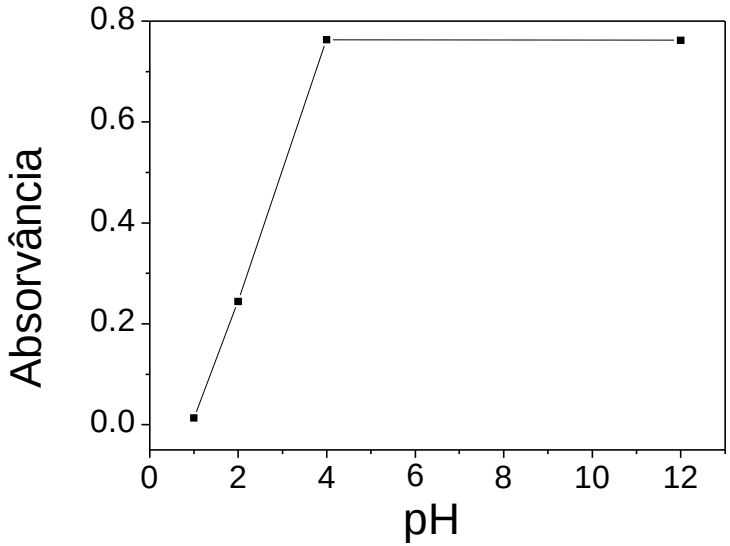
Fe-1,10-fenantrolina: 50 µL HCl_{conc}; 50 µL HCl 0,10 mol L^{-1}; 200 µL de CH_3COONa 2,0 mol L^{-1}; 100 µL de NaOH 2,0 mol L^{-1}

Efeito do pH



Sistema Fe(III) - tiocianato

Sistema Fe(II) – 1,10-fenantrolina



Qual dos dois sistemas mostrou-se melhor para a determinação do ferro?

Sistema Fe(III) - tiocianato

Sistema Fe(II) – 1,10-fenantrolina