

DETERMINAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA SIMULTÂNEA DE FERRO (II)
E NÍQUEL (II) UTILIZANDO O 2-(2'-TIAZOLILAZO)-p-CRESOL .

Maurício Silveira Goulart e Henrique Antônio de Salles
Andrade, DEPARTAMENTO DE QUÍMICA, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE
CATÓLICA DO RIO DE JANEIRO . Rua Marquês de São Vicente ,
225. Gávea , Rio de Janeiro . RJ CEP 22453 .
Sérgio Luis Costa Ferreira, INSTITUTO DE QUÍMICA
UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA .

ABSTRACT The present work describes a method that allows for the simultaneous determination of iron (II) and nickel (II) , using 2-(2'-thiazolylazo)-4-methylphenol as a complexing agent . Absorption spectra of complexes shows maximum at 743 , 598 , and 517 nm for the iron ion , and 598 nm for the nickel ion . Ethanol (40% , pH 8.0 and a concentration of 5% of the reducing agent , were the best conditions . The calculated values of the molar absorptivities were : 2.89×10^4 for nickel , 1.15×10^4 (743 nm) , 1.09×10^4 (598 nm) and 1.58×10^4 (520 nm) for iron , and . The wavelengths used were 743 and 598 nm .

RESUMO :

O ferro é um dos maiores interferentes em métodos espectrofotométricos para níquel e vice-versa .

O presente trabalho descreve um método que permite a determinação simultânea desses dois metais , utilizando o 2-(2'-tiazolilazo)-p-cresol como reagente complexométrico^{1,2} .

Os espectros de absorção dos dois complexos apresentam máximos em 743 , 598 nm e 517 nm para o ferro e 598 nm para o níquel .³ (FIGURA 1)

As concentrações do solvente (etanol) , do tampão (NaAc- HAc) e do redutor utilizado para o ferro (cloridrato de hidroxilamina) , são os parâmetros mais importantes para a estabilidade do sistema .

O estudo desses parâmetros mostrou que as melhores condições encontradas foram : 40% de solvente , tampão a pH 8.0 (1.0 M) e 5 % para o redutor . Os complexos assim formados são estáveis por mais de 48 horas .

Os valores calculados para as absorptividades molares desses complexos foram : 2.89×10^4 para o níquel , 1.58×10^4 (517 nm) , 1.09×10^4 (598.8 nm) e 1.15×10^4 (743 nm) para o ferro . Para o sistema de equações a ser utilizado neste método , foi necessário calcular o valor da absorptividade molar do níquel em 743 nm (4.87×10^2) .

O método é utilizado para concentrações de ferro e níquel na faixa de 0.4 a 2.0 µg/ml .

PARTE EXPERIMENTAL :

a) Instrumental :

- Medidor de pH digital Mioronal
- Balança analítica Sartorius
- Espectrofotômetro Varian Intralab DNS-100 , acoplado à impressora Grafic 80 F/T .

b) Reagentes :

- solução de níquel 500 µg/ml .
- solução de ferro 500 µg/ml .
- solução de cloreto de hidroxilamônio 10X
- solução de TAC 0,1 g/100 ml + pesar 0,1 g de TAC (Sigma Chemical Co.) dissolver e completar até 100 ml com metanol ou etanol purificado .
- tampão de pH 8,0 (NaAc-Hac)(1.0 M)

ESTUDO DA REAÇÃO :

Sendo os complexos formados entre o TAC e os metais estudados , insolúveis em água^{4,5} , foi necessária uma etapa de escolha do solvente alcoólico a ser usado no presente trabalho . Os solventes que apresentaram melhores resultados foram o etanol , metanol , isopropanol e etileno glicol . Destes foi escolhido o etanol , devido a melhor estabilidade , facilidade do manuseio , preço e disponibilidade . A melhor concentração do solvente encontrada nos testes foi 40% . Os complexos não são formados em presença de dioxano e acetona .

Sendo o ferro (II) a espécie que reage com o TAC⁷ , houve a necessidade de utilizar um redutor apropriado . Os

pesquisados foram o cloridrato de hidroxilamina e o ácido áscorbico⁸ . Foram realizados vários testes e a escolha recaiu sobre o cloridrato , devido à sua maior estabilidade , e menor interferência no sinal de níquel . A concentração deste redutor também foi pesquisada .

O melhor tampão pesquisado foi o NaAc-CH₃COOH , em pH próximo a 8.0 . A concentração das espécies do tampão foram também pesquisadas .

Como o presente trabalho envolve a determinação de dois elementos , simultaneamente , é necessário garantir que ambos estejam complexados . Um mililitro de TAC 0.1X foi suficiente para complexar os metais .

APLICAÇÃO EM MISTURAS SINTÉTICAS :

Valores em µg/ml

| | valor real | valor encontrado |
|--------|------------|------------------|
| Ferro | 0.18 | 0.18 ± 0.01 |
| Níquel | 0.18 | 0.18 ± 0.01 |
| Ferro | 0.32 | 0.34 ± 0.02 |
| Níquel | 0.32 | 0.33 ± 0.02 |
| Ferro | 0.48 | 0.48 ± 0.02 |
| Níquel | 0.48 | 0.48 ± 0.02 |
| Ferro | 0.84 | 0.88 ± 0.02 |
| Níquel | 0.84 | 0.83 ± 0.02 |
| Ferro | 0.80 | 0.83 ± 0.02 |
| Níquel | 0.80 | 0.78 ± 0.02 |

AGRADECIMENTOS:

- Prof. Fécio A. Farias .
- CNPQ, FINEP , SCT e CAPES .

BIBLIOGRAFIA :

- 1) Cheng, K.L et alii; "Handbook of Organic Analytical Reagents" ; CRC Press Inc. ; (1982) ,
- 2) Ferreira, S.L.; Talanta, (1988), **35** , 8 ; 485-488 .
- 3) Hovind, H.R.; The Analyst ; (1975) , **100** , 789 .
- 4) Kirkbright, G.F.; Talanta, (1986) , **13** , 14 .
- 5) Blanco, M.; et alii, Analytica Chimica Acta ; (1989), **229** , 271-279 .
- 6) Anderson, R.G. and Nickless, G.; The Analyst ; (1967), **92** , n 1053 ; 207-238 .
- 7) ibid; (1968) , **93** , 37-48 .
- 8) Busev, A.I. et alii ; Chem. Abstracts, (1970) , **72** , 138940w .

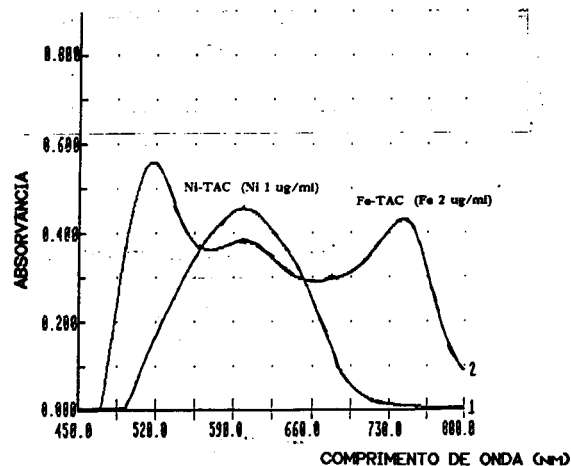


FIGURA 1: ESPECTRO DE ABSORÇÃO