

Aula 12

PRÁTICA 02 – ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR NO UV–VIS: OPERAÇÃO E RESPOSTA DO ESPECTROFOTÔMETRO

META

Proporcionar o contato do aluno com a instrumentação analítica empregada em análises espectrofotométricas abordando as questões técnicas e operacionais; desenvolver habilidades e competências referentes à espectrometria; redigir o relatório prático.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:

- reconhecer um espectrofotômetro de absorção no UV–VIS;
- reconhecer os acessórios relacionados a instrumentação analítica estudada;
- operar um espectrofotômetro;
- interpretar os resultados obtidos em análises empregando o espectrofotômetro;
- preparar o relatório da prática, segundo as instruções da aula Prática 01.

PRÉ-REQUISITOS

Conhecer os fundamentos da espectrometria de absorção molecular na região do UV-VIS (conteúdo abordado na Aula 02); estar no laboratório de química instrumental; estar vestindo todos os EPIs (Equipamento de Proteção Individual) necessários.

Elisangela de Andrade Passos

INTRODUÇÃO

Na última aula foram abordados os conceitos básicos e introdutórios referentes a atividades em um laboratório químico e as instruções para confecção do relatório experimental.

Ao longo desta aula aprenderemos as operações iniciais relacionadas a um espectrofotômetro, desde a conexão a rede elétrica, as regulagens básicas, até a obtenção de espectros de soluções contendo o analito de interesse.

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Como apresentado na Aula 02, à espectrofotometria está baseada na utilização da radiação eletromagnética (luz) para determinar algumas características do analito. Para isto empregamos um instrumento chamado espectrofotômetro. O espectrofotômetro pode ser constituído por uma das duas formas de estrutura: com filtro de absorção (seleção de um comprimento de onda específico) ou monocromador (possibilidade de efetuar uma análise por varredura – diversos comprimentos de onda). O azul de bromotimol é um composto orgânico, de fórmula química $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$, comumente empregado como indicador ácido-base por apresentar a característica de alteração de cor em função do pH da solução em que está presente. Nesta aula iremos verificar algumas características espectrais do azul de bromotimol.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

OPERAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO

Para iniciarmos os trabalhos com o espectrofotômetro devemos observar os seguintes detalhes:

- a) se a rede elétrica é estável ou possui um estabilizador compatível com a potência do instrumento;
- b) qual a tensão de operação do instrumento;
- c) conectar o equipamento a rede elétrica, ligar e aguardar 30 minutos até a utilização.

Reconhecendo o equipamento:

- a) existem vários equipamentos comerciais, que apresentam diferentes aspectos físicos visuais, porém um Espectrofotômetro UV–VIS pode ser reconhecido pela presença de um compartimento que possui um suporte para uma ou mais cubetas, a depender do modelo do equipamento;
- b) modelos mais antigos apresentam visor digital ou analógico de Absor-

bância ou Transmitância (%T), além de botões de regulação para seleção do comprimento de onda, Absorbância e Transmitância, ou teclado digital com funções semelhantes;

c) modelos mais modernos aparecem acoplados a um computador e possuem controle do equipamento através de software específico;

d) identifique o modo de operação do equipamento, se é através de comprimento de onda fixo ou por varredura. Esta informação pode ser obtida no manual ou site do fabricante, através do modelo do equipamento, ou verificando se o instrumento permite programar para leitura uma faixa de comprimento de onda ou um comprimento de onda fixo.

e) identifique quantos suportes de cubetas o equipamento possui;

f) verifique se o material da cubeta é compatível com o solvente que será usado no procedimento analítico, as cubetas de quartzo são as mais indicadas, porém requerem maiores cuidados;

g) certifique-se que próximo ao equipamento tenha um béquer, um pisquete com água destilada e papel absorvente macio; este material será usado na limpeza da cubeta.

DETERMINAÇÃO DO ESPECTRO UV-VIS DE UMA SOLUÇÃO DE AZUL DE BROMOTIMOL:

Para esta prática serão necessários os seguintes materiais:

- solução de azul de bromotimol;
- solução de ácido clorídrico 1 mol L⁻¹;
- solução de hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹;
- balão volumétrico de 50 mL e pipetas.

PROCEDIMENTO

a) Em um balão volumétrico de 50 mL adicione aproximadamente 25 mL de água destilada, uma gota de solução de azul de bromotimol e 1 mL de solução de hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹. Afira o volume do balão com água destilada e agite para homogeneizar. Em outro balão acrescente apenas a água e a solução de hidróxido de sódio, a esta solução atribui-se o nome de branco.

b) Se o espectrofotômetro permitir operar no modo varredura, programe uma varredura entre 380 a 780 nm. Adicione a solução em branco a cubeta, enxugando a face polida com o auxílio de papel absorvente macio, segurando-a com os dedos, polar e indicador através da face opaca. Acondicione a cubeta ao suporte que encontra-se no compartimento de leitura e faça a zeragem da linha base do sistema. Este procedimento é conhecido como o branco da análise, ou seja, o equipamento irá registrar toda a interferência da cubeta e do solvente empregado na análise para aqueles comprimentos

de onda selecionados. Para realizar este procedimento de zeragem, verifique junto ao manual do equipamento ou peça auxílio ao professor. Retire a cubeta do compartimento, descarte a água, adicione 1/3 do volume da cubeta com a solução de azul de bromotimol preparada anteriormente, e descarte logo após. Acrescente novamente 1/3 do volume descartando logo em seguida. Repita este procedimento no mínimo 3 vezes, para garantir uma ambientalização da cubeta com a solução a ser analisada. Este procedimento deve ser repetido sempre e em qualquer situação que exija a substituição da solução contida na cubeta. Após a ambientalização, preencha 90 % do volume da cubeta com a solução, enxugue, acondicione no suporte dentro do compartimento de leitura e efetue a obtenção do espectro da solução.

c) Se o espectrofotômetro permitir operar apenas em comprimento de onda fixo, faça a zeragem do equipamento (100% de transmitância e absorbância zero) em 595 nm. Peça auxílio para identificar o procedimento para o modelo de equipamento que estará usando. Substitua a solução em branco pela solução de azul de bromotimol e efetue a leitura da Absorbância variando manualmente o comprimento de onda de 595 a 635 nm a cada 5 unidades de comprimento de onda.

d) Registre o espectro obtido ou os valores das absorbâncias, dependendo do modo em que operou, e identifique em qualquer um dos casos, em qual comprimento de onda se obtém a maior absorbância, conhecido como o $\lambda_{\text{máx}}$ do analito.

e) Repita os itens de 1 a 4 substituindo a solução de hidróxido de sódio por ácido clorídrico, e no caso do instrumento de comprimento de onda fixo, efetue leituras de 415 a 445 nm com intervalos de 5 unidades de comprimento de onda.

CONCLUSÃO

Nesta aula foram apresentadas as características básicas para reconhecer um espectrofotômetro e sua aplicação na análise qualitativa de uma solução de azul de bromotimol.



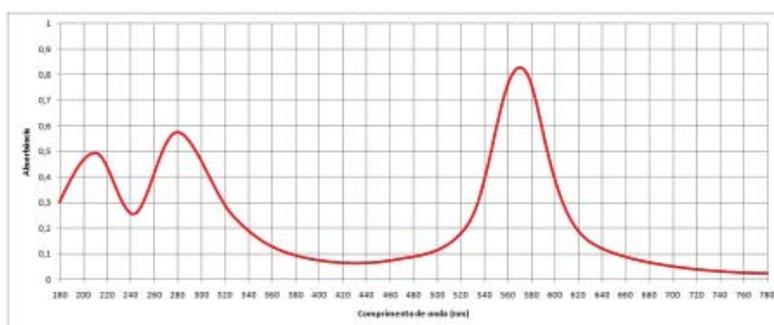
RESUMO

A obtenção do espectro de absorção de uma solução contendo o analito na região do UV-Vis tem grande aplicação na identificação de uma espécie em solução. Sem o conhecimento prévio da espécie a ser analisada, e conseqüentemente sem o controle das concentrações, a técnica pode ser inicialmente empregada na determinação de parâmetros relacionados ao analito, como o $\lambda_{\text{máx}}$. Através das bandas de absorção é possível identificar a espécie e o $\lambda_{\text{máx}}$ poderá ser empregado em uma posterior análise quantitativa.



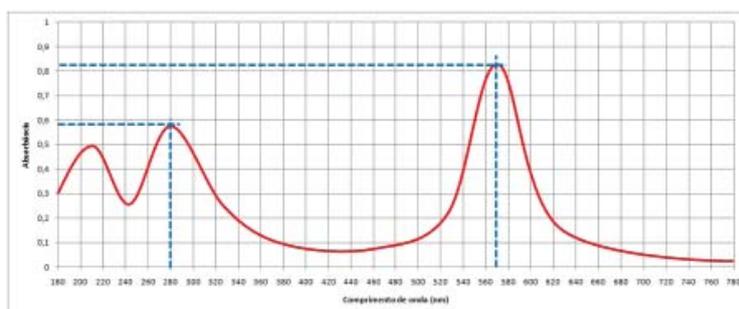
ATIVIDADES

Uma solução contendo um analito desconhecido foi submetido a análise por varredura pela técnica de espectrofotometria UV-Vis. O espectro resultante está apresentado abaixo. Com base no espectro obtido indique qual o $\lambda_{\text{máx}}$. para a região do ultravioleta e para a região do visível. Qual a absorbância para as duas situações para a concentração em que o analito se encontra?



COMENTARIO SOBRE AS ATIVIDADES

Como sabemos a região do UV abrange o comprimento de onda de 380 a 180 nm e a região do visível de 780 a 380 nm. Logo, com base no espectro obtido podemos determinar os $\lambda_{\text{máx}}$, que é a região do espectro onde se observa a maior absorbância, como mostrado abaixo.



Na região do ultravioleta o $\lambda_{\text{máx}} = 280 \text{ nm}$ com uma absorbância de $\sim 0,58$. Para a região do visível o $\lambda_{\text{máx}} = 570 \text{ nm}$ com uma absorbância de $\sim 0,82$.



AUTO-AVALIAÇÃO

- Consigo reconhecer um espectrofotômetro de absorção no UV–VIS?
- Consigo reconhecer os acessórios relacionados a instrumentação analítica estudada?
- Sou capaz de operar um espectrofotômetro?
- Sou capaz de interpretar os resultados obtidos em análises empregando o espectrofotômetro?
- Sinto-me capaz de preparar o relatório da prática, segundo as instruções da aula Prática 01?



PRÓXIMA AULA

Na próxima aula, Aula Prática 03, iremos aplicar a Lei de Beer na determinação da concentração de uma solução de permanganato de potássio e avaliar os possíveis desvios que a Lei de Beer pode sofrer.

REFERÊNCIAS

- HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7^a ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. Americana. Ed. Thomson; São Paulo, 2007.