

**DETERMINAÇÃO DO pH DE FORMAÇÃO DO
COMPLEXO [Fe(o-fen)₃]²⁺.**

Carmem D. Cardoso, Martha Bohrer Adaime e Nádia Suzana S. Viaro.

Departamento de Química , Centro de Ciências Naturais e Exatas

UFSM - Santa Maria , RS.

RESUMO

Neste trabalho são apresentadas evidências sobre o melhor pH de complexação do complexo [Fe(o-fen)₃]²⁺. A literatura cita que este complexo é quantitativo desde pH = 2,0 até 9,0. Verificamos que a pH = 9,2 o complexo tem a maior absorbância, demonstrando que este é o pH de maior complexação. Conclui-se que o pH ideal para a complexação de Fe(II) com o-fenantrolina, quando este complexo encontra-se livre de interferentes, é 9,2.

SUMMARY

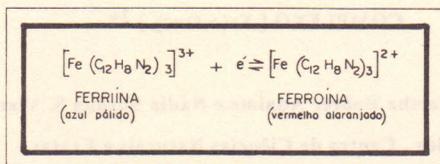
We suggest this research to find the better complexation's pH of [Fe(o-fen)₃]²⁺ complex. The literature says only that this complex is quantitative since pH 2,0 until 9,0. We verify that at pH 9,2 the complex has the largest absorbance, showing that it is the largest pH complexation.

We conclude that 9,2 is the ideal pH for the complexation of Fe(II) with 1,10-phenantroline, when this complex is free of interferents.

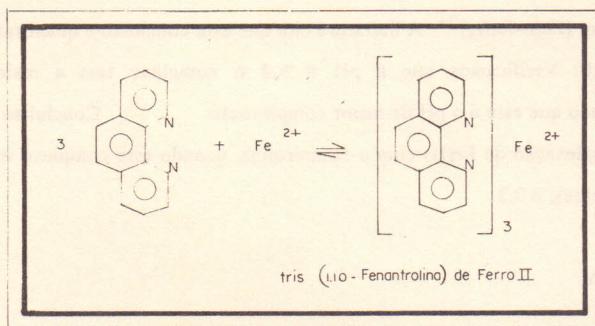
INTRODUÇÃO

O método padrão de determinação colorimétrica de Ferro II, sensível para determinações a nível de ppm¹, usa como agente quelante a 1,10-fenantrolina ou o-fenantrolina (C₁₂H₈N₂).

A o-fenantrolina é uma base orgânica fraca, de estrutura análoga ao fenantreno, que forma complexos coloridos com Ferro II e com Ferro III como mostra a equação a seguir.



c A determina\u00e7\u00e3o de Ferro II, de interesse neste trabalho se d\u00e1 conforme rea\u00e7\u00e3o de complexa\u00e7\u00e3o indicada abaixo^{2,3}.



Gould e Vosburgh⁴ encontraram que complexos com uma ou duas mol\u00e9culas de fenantrolina por \u00e1tomo de ferro n\u00e3o existem em quantidades espectrofotometricamente detect\u00e1veis em mistura aquosa de \u00edon ferroso e ferroina.

Leussing et al⁵ evidenciaram que os complexos Fe-fen^{++} e Fe(fen)_2^{++} existem, em solu\u00e7\u00f5es \u00e1cidas, em apreci\u00e1vel concentra\u00e7\u00e3o se a quantidade de ferro for muito grande.

Em solu\u00e7\u00f5es \u00e1cidas, com pH 3,0 ou menos, a fenantrolina est\u00e1 presente, principalmente como \u00edon fenantrolium em prefer\u00eancia \u00e0 fenantrolina livre e o equil\u00edbrio entre a ferroina e um \u00e1cido forte pode ser representada por:



A forma\u00e7\u00e3o quantitativa do complexo de Fe^{2+} \u00e9 observada na regi\u00e3o de pH entre 2,0 - 9,0⁶. Entretanto, a adi\u00e7\u00e3o de acetato de s\u00f3dio ao complexo \u00e9 recomendada a fim de prevenir a precipita\u00e7\u00e3o de v\u00e1rios sais de ferro, tais como difosfatos, fosfatos, oxalatos, etc⁷.

O presente trabalho teve como objetivo principal avaliar o pH ideal para a forma\u00e7\u00e3o do complexo de Ferro II com 1,10 fenantrolina.

DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL

Preparou-se uma série de soluções com o complexo $[\text{Fe}(\text{o-fen})_3]^{2+}$ na concentração de $2,5 \times 10^{-3}$ M, usando-se hidroquinona a 1% como agente redutor e soluções de HCl 4N, NaOH 4N, fosfato de potássio monobásico 0,1 N e fosfato de sódio di-básico 0,1 N para fazer a variação de pH.

As soluções foram preparadas conforme a TABELA 1 e as leituras de pH foram feitas, à temperatura de $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$, em potenciômetro PHILIPS modelo PW 9409, usando um eletrodo de vidro combinado marca DIGIMED que foi calibrado com soluções tampão pH = 4,0, pH = 7,0 e pH = 10,0.

As leituras de percentual de transmitância foram feitas a 508 nm, à temperatura de $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$, em um espectrofotômetro Perkin Elmer, modelo 124, usando cubetas de vidro de 1 cm de espessura. Estas foram posteriormente transformadas em absorbância.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com a figura 1 observa-se que o pico máximo de absorbância se dá a pH 9,2

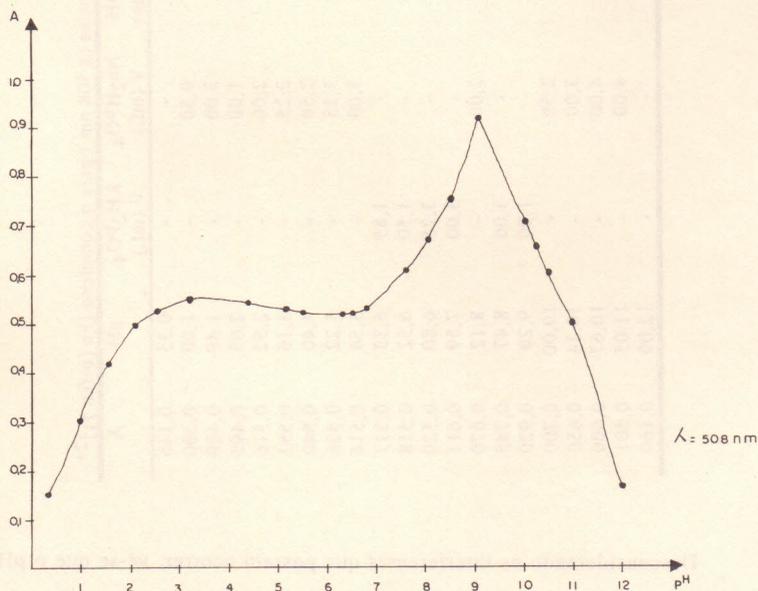


FIGURA 1 - Variação da absorbância em função do pH para o complexo $[\text{Fe}(\text{o-fen})_3]^{2+}$.

A tabela 1 também evidencia que o pH onde ocorre a maior absorvância do complexo de o-fenantrolina e Fe (II), a 508 nm, é o de 9,2.

TABELA 1-Variação de pH com as correspondentes absorvâncias (a 508 nm) para o complexo $[\text{Fe}(\text{o-fen})_3]^{2+}$.

Balão N°.	o-fen V (mL)	FeSO ₄ ²⁺ V (mL)	Hidroq. V (mL)	HCl (gotas)	NaOH (gotas)	Na ₂ HPO ₄ V (mL)	KH ₂ PO ₄ V (mL)	pH	A
01	7,5	2,5	1,0	12	-	-	-	0,35	0,146
02	7,5	2,5	1,0	04	-	0,50	-	1,00	0,300
03	7,5	2,5	1,0	02	-	3,00	-	1,49	0,420
04	7,5	2,5	1,0	01	-	1,00	-	2,05	0,495
05	7,5	2,5	1,0	01	-	2,00	-	2,52	0,516
06	7,5	2,5	1,0	01	-	2,25	-	3,16	0,553
07	7,5	2,5	1,0	01	-	2,50	-	4,40	0,540
08	7,5	2,5	1,0	01	-	3,25	-	5,22	0,526
09	7,5	2,5	1,0	01	-	3,00	-	5,54	0,516
10	7,5	2,5	1,0	-	01	-	1,85	6,33	0,517
11	7,5	2,5	1,0	-	01	-	1,50	6,52	0,518
12	7,5	2,5	1,0	-	02	-	3,25	6,80	0,529
13	7,5	2,5	1,0	-	02	-	3,00	7,59	0,611
14	7,5	2,5	1,0	-	01	2,00	-	8,12	0,670
15	7,5	2,5	1,0	-	02	-	3,00	8,47	0,745
16	7,5	2,5	1,0	-	01	-	1,00	9,20	0,920
17	7,5	2,5	1,0	-	01	2,50	-	10,00	0,700
18	7,5	2,5	1,0	-	01	3,00	-	10,14	0,650
19	7,5	2,5	1,0	-	02	4,00	-	10,67	0,600
20	7,5	2,5	1,0	-	03	4,00	-	11,05	0,501
21	7,5	2,5	1,0	-	12	-	-	12,00	0,160

Desconsiderando os interferentes que possam ocorrer, vê-se que o pH em que ocorre a maior formação do complexo é o pH 9,2, ponto de máxima absorvância.

CONCLUSÃO

Por este estudo concluiu-se que o pH ideal em que se dá a maior complexação do complexo 1:3 de Fe II com a o-fenantrolina, quando este se encontra livre de interferentes, é o de 9,2.

BIBLIOGRAFIA CITADA

1. AYRES, G. H. Analisis Quimico Cuantitativo, Harper & Row Publishers Inc, New York, 1970, p. 162.
2. OHLWEILER, O. A. Química Analítica Quantitativa, Vol. 3, 2ª ed., Livros Técnicos e Científicos Editora S. A., p. 311.
3. SMITH AND RICHTER. Fenantroline and Substituted Phenantroline Indicators, G. Frederick Smith Chemical Co, Columbus, Ohio, 1994.
4. GOULD AND VOSBUGH. J. Am. Soc., 64, 1630 (1942).
5. LEE, T. S., KOLTHOFF, I. M. AND LEUSSING, D. L. J. Am. Soc., 70, 2350 (1948).
6. SKOOG, D. A. AND WEST, D. M. Fundamentals of Analytical Chemistry, 4ª ed., Holt-Sanders International Ed., p. 790.
7. WILLARD, H. H., MERRIT Jr, L. L., DEAN, J. A. e SETTLE Jr, F. A. Instrumental Methods of Analysis, 6ª ed., Wadsworth Publishing Company, Belmont.

CONCLUSÃO

Por este estudo concluiu-se que o pH ótimo em que se dá a maior complexação do complexo 1:1 de Fe II com a o-ferrocianato quando esta se encontra livre de interferentes é de 8,2.

BIBLIOGRAFIA CITADA

1. AYRES, G. H. *Analytical Chemistry*, Interscience, John Wiley & Sons, New York, 1958, p. 162.
2. ORLWATER, O. J. *Quantitative Analysis*, 2^a ed., Vol. 1, 2^a ed., 1958, Interscience, John Wiley & Sons, New York, p. 311.
3. SMITH AND RICHTER, *Iron and Nickel Determination*, Interscience, John Wiley & Sons, New York, 1954.
4. GOLD AND VORWILK, *J. Res. Nat. Bur. Stand.* 66, 1110 (1961).
5. LEE, T. S., JEN, H. H. T. M. AND CHANG, D. C. A. *Anal. Chem.* 30, 1030 (1958).
6. SHOU, D. A. AND WEST, D. M. *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 4^a ed., Interscience, Interscience, Inc., p. 399.
7. WILLARD, H. H., LLOYD, J. L., DEAN, J. A. *Quantitative Analysis*, 3^a ed., Interscience, Interscience, Inc., p. 399.