

## Prática 8

### Determinação espectrofotométrica de ácido salicílico através da complexação com íons ferro

Khaled Miguel Abdelaziz Ahmed<sup>1</sup>; Luiz Augusto Dembicki Fernandes<sup>1</sup>

Química Analítica Quantitativa – CQ321/EQA

Universidade Federal do Paraná

<sup>1</sup>Discentes do curso de Engenharia Química da UFPR

#### 1. Curva analítica

Após a preparação das amostras por cada bancada do laboratório, foi possível obter a Tabela 1 com os dados de concentração do ácido salicílico (AS) de acordo com a solução preparada com a solução de AS ( $2 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ ), solução de  $\text{FeCl}_3$  ( $8 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ ) e água destilada:

Tabela 1 – Concentração de soluções para a curva analítica

Solução	Volume AS (mL)	Volume $\text{Fe}^{3+}$ (mL)	Concentração AS ( $\text{mol L}^{-1}$ )
Branco	0	10	0
1	3	10	$6 \times 10^{-5}$
2	4	10	$8 \times 10^{-5}$
3	5	10	$1 \times 10^{-4}$
4	10	10	$2 \times 10^{-4}$
5	15	10	$3 \times 10^{-4}$
6	20	10	$4 \times 10^{-4}$
7	25	10	$5 \times 10^{-4}$
8	30	10	$6 \times 10^{-4}$

#### 2. Obtenção do espectro de absorção do complexo

Com uma das amostras preparadas na etapa anterior, foi realizada a varredura da solução Branco e dessa amostra, sendo obtido o comprimento de onda de máxima absorção do ácido salicílico, que é:

$$\lambda = 501 \text{ nm} \rightarrow \text{Absorância} = 0,350$$

#### 3. Obtenção da curva analítica do complexo

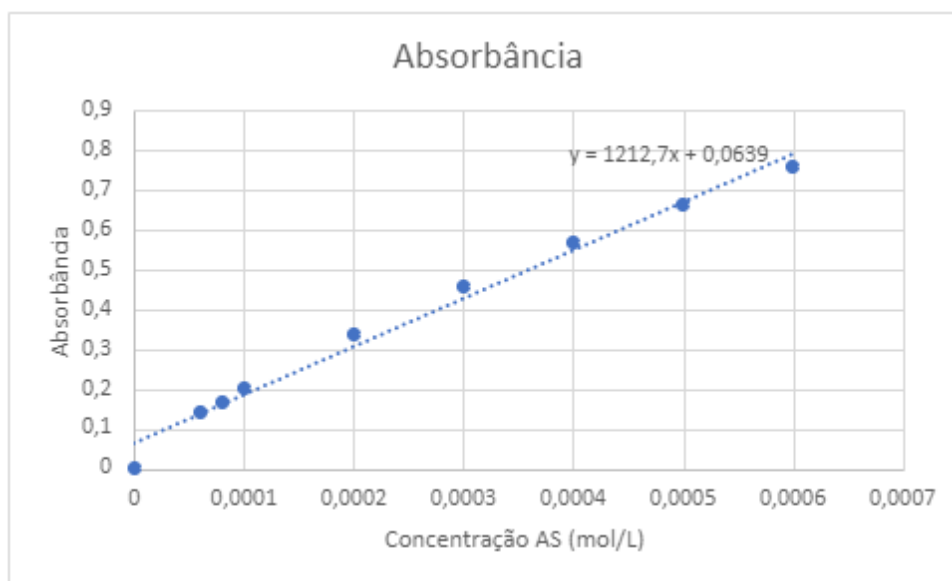
Uma vez obtido o comprimento de máxima absorção, foram medidas as absorvâncias de todas as soluções preparadas, utilizando o Branco como valor inicial. O Gráfico 1 foi gerado com os valores obtidos de concentração de AS x absorvância, colocados na Tabela 2:

**Tabela 2 – Concentração de AS e absorvância das soluções**

Solução	1	2	3	4	5	6	7	8
AS (mol L <sup>-1</sup> )	$6 \times 10^{-5}$	$8 \times 10^{-5}$	$1 \times 10^{-4}$	$2 \times 10^{-4}$	$3 \times 10^{-4}$	$4 \times 10^{-4}$	$5 \times 10^{-4}$	$6 \times 10^{-4}$
Absorvância	0,143	0,167	0,202	0,337	0,456	0,567	0,662	0,758

\* As soluções 1, 2, 3, 4 e 5 foi preparadas em duplicata ou triplicata, logo foi feita uma média dos valores de absorvância obtidos

**Gráfico 1 – Curva analítica do AS**



#### 4. Cálculo da concentração de AS

Para essa etapa, foi preparada pela dupla uma solução de ácido salicílico a partir de um produto farmacêutico (Tônico Adstringente da Panvel®). A seguinte equipe retirou uma alíquota de 25 mL do produto, sendo esta diluída em água destilada até ser obtido um volume de 100 mL. Dessa solução preparada, foi transferido analiticamente pela dupla 5 mL para um balão volumétrico, juntamente com 10 mL da solução de FeCl<sub>3</sub> ( $8 \times 10^{-3}$  mol L<sup>-1</sup>), e o balão foi completado até 100 mL. Ao medir a absorvância da solução preparada, foi obtido o seguinte valor:

$$\text{Absorvância} = 0,662$$

Para a obtenção da concentração de AS no produto farmacêutico, é utilizado então o coeficiente angular da reta obtida na curva analítica, correspondendo a absorvidade molar da equação de Lambert-Beer-Bouguer:

$$A = \varepsilon bc \quad (1)$$

onde os parâmetros  $b$  e  $c$  (caminho óptico e concentração da amostra, respectivamente) são conhecidos.

$$\varepsilon = 1212,7 \frac{L}{mol \cdot cm}$$

$$b = 1 cm$$

Para a determinação da concentração de ácido salicílico, será utilizada a equação linearizada da curva de absorção, onde  $y$  corresponde a absorbância em um ponto, o coeficiente angular corresponde a absortividade molar daquela solução,  $x$  corresponde a concentração da solução em um ponto e o coeficiente linear corresponde aos erros experimentais.

Equação linearizada obtida:

$$y = 1212,7 \cdot x + 0,0639$$

Para  $y = 0,662$ , obtemos  $x = 4,93 \cdot 10^{-4} \frac{mol}{L}$  como a concentração da solução

Tendo a concentração da solução, a diluição feita (que é 80, pois são 25 mL do produto e 5 mL da solução preparada em 100 mL cada, logo  $4 \times 20$ ) e a massa molar de AS, que é de 138,123 g/mol, é possível determinar a concentração em g/L:

$$c \left( \frac{g}{L} \right) = 4,93 \cdot 10^{-4} \frac{mol}{L} \cdot 138,123 \frac{g}{mol} \cdot 80 = 5,448 \frac{g}{L}$$

Que na forma requisitada de porcentagem massa/volume:

$$\% \left( \frac{m}{v} \right) = 5,448$$

## 5. Repetibilidade e reprodutibilidade

Para garantir que os resultados encontrados foram coerentes, foi realizado para alguns pontos experimentais, duplicadas e triplicadas em dias distintos sob as mesmas condições experimentais. Dessa forma, é possível, após analisar os resultados, afirmar se esse método de análise possui repetibilidade e reprodutibilidade. A tabela abaixo demonstra os valores de absorbância encontrados para determinadas amostras (as concentrações dessas amostras são as mesmas da tabela 1).

**Tabela 3 – Concentração de soluções em duplicada e triplicada para a curva analítica 31/10**

Amostra	Valores encontrados	Média	Desvio padrão (%)
1	0,144	0,143	0,7

	0,142		
2	0,163	0,165	2,1
	0,170		
3	0,199	0,202	0,99
	0,204		
	0,203		
4	0,322	0,337	1,34
	0,341		
5	0,455	0,456	0,1
	0,456		

**Tabela 4 – Concentração de soluções em duplicada e triplicada para a curva analítica 07/11**

Amostra	Valores encontrados	Média	Desvio padrão (%)
2	0,098	0,103	4,4
	0,107		
3	0,141	0,140	0,71
	0,139		
4	0,268	0,274	2,01
	0,279		

A partir dos valores de desvio padrão encontrados nas amostras dos 2 dias, é possível verificar que o método possui alta repetibilidade. Apesar disso, a diferença significativa entre as médias encontradas nos 2 dias para a mesma amostra, fornecem indícios que o método não é tão reprodutível.