



PROTOCOLO: DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE PERMANGANATO DE POTÁSSIO E DICROMATO DE POTÁSSIO POR ESPECTROFOTOMETRIA NA REGIÃO DO VISÍVEL. (VERSÃO COM RESULTADOS)

DISCIPLINA: ANÁLISE INSTRUMENTAL
DEPARTAMENTO: ENGENHARIA QUÍMICA
DATA: 25/05/2020
RESPONSÁVEL: BRUNO L. CORTEZ DE SOUZA



APRESENTAÇÃO: Este protocolo refere-se ao experimento cujo objetivo é a quantificação de duas espécies absorventes em uma mesma amostra: permanganato de potássio e dicromato de potássio. A determinação de cada constituinte da amostra será realizada por espectrofotometria UV-Vis, e o resultado expresso em termos de molaridade (mol L^{-1}).

EQUIPAMENTO: Espectrofotômetro UV-Vis FEMTO 800 XI com varredura, controlado por PC com software de gerenciamento.

VIDRARIAS:

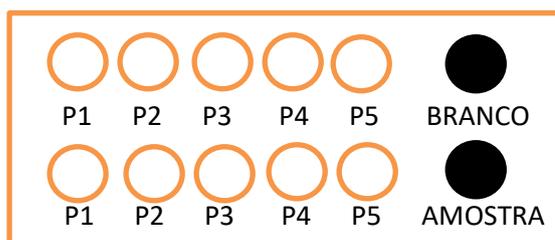
- 12 balões volumétricos de 100,0 mL
- 12 cubetas de poliestireno de 10 mm
- 01 béquer para descarte de resíduos
- 01 pissete com água destilada

SOLUÇÕES PADRÃO:

KMnO ₄	Padrão	P1	P2	P3	P4	P5
	Concentração (mol.L^{-1})		8×10^{-5}	$1,6 \times 10^{-4}$	$2,4 \times 10^{-4}$	$3,2 \times 10^{-4}$
K ₂ Cr ₂ O ₇	Padrão	P1	P2	P3	P4	P5
	Concentração (mol.L^{-1})		$1,3 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-4}$	$2,7 \times 10^{-4}$	$3,3 \times 10^{-4}$

*Todas as soluções foram preparadas colocando-se 1% v/v de ácido sulfúrico concentrado nos balões volumétricos.

Em uma folha de caderno desenhar um espaço para cada uma das soluções, como mostra o exemplo. Lave as cubetas apenas com bastante água (**não utilize** detergente ou esponja), em seguida com água destilada, e depois rinse-as com a solução padrão. Coloque solução padrão até altura suficiente para leitura. Deixe as cubetas nos respectivos lugares na folha até o final do experimento. Seque cuidadosamente a parte externa da cubeta com papel higiênico macio. Cuidado para não riscar.



← Completar com a solução até aproximadamente esta altura.

O FEIXE DE LUZ INCIDE A MEIA ALTURA SOBRE A CUBETA.

EXPERIMENTO: O experimento será dividido em 3 partes - Varredura do espectro dos analitos; Curva analítica; Análise da amostra.

PARTE A: Varredura do espectro dos analitos.

1. Abrir o software de gerenciamento do equipamento (Clique duplo em FEMTO SCAN).
2. Na parte inferior da tela do programa selecionar:
 - Absorbância
 - Comprimento de onda inicial: 400 nm
 - Comprimento de onda final: 800 nm
 - Resolução: 10 nm
3. Colocar a cubeta com o BRANCO no compartimento do equipamento.

4. Clicar no botão **LINHA BASE**, no canto inferior direito do programa. Aguardar alguns segundos enquanto o equipamento faz a varredura do branco.
5. Após a varredura do branco, o botão **VARREDURA** ficará habilitado. Troque a cubeta do branco, por uma cubeta contendo a **solução padrão P3**. Clique no botão **VARREDURA**.
6. Após alguns segundos aparecerá na tela do programa o desenho da varredura do espectro do analito. No canto superior esquerdo, clique em **ARQUIVO**, depois em **SALVAR VARREDURA**, e salve os dados da varredura na área de trabalho.
7. Abra o arquivo salvo e verifique qual é o valor de maior absorvância, e qual o comprimento de onda correspondente. Anote.
8. Faça o mesmo para o outro analito, a partir da etapa 3 deste protocolo.
9. Analise se há interferência de um analito no comprimento de onda de maior absorvância do outro analito.

KMnO ₄	Maior valor de absorvância: 0,897	Comprimento de onda: 520 nm
K ₂ Cr ₂ O ₇	Maior valor de absorvância: 0,432*	Comprimento de onda: 430 nm

* O maior valor de absorvância é 0,188 em 400 nm. Entretanto, devido ao efeito da radiação policromática sobre a lei de Beer, escolhemos o próximo “pico”.

Varredura da solução padrão P3 de permanganato de potássio (KMnO₄) 2,4x10⁻⁴ mol.L⁻¹

Comprimento de onda (nm)	Absorvância						
400	0,033	500	0,616	600	0,086	700	0,012
410	0,012	510	0,674	610	0,072	710	0,01
420	0,010	520	0,897	620	0,067	720	0,006
430	0,020	530	0,828	630	0,061	730	0,005
440	0,040	540	0,818	640	0,054	740	0,001
450	0,081	550	0,741	650	0,048	750	0,001
460	0,120	560	0,506	660	0,040	760	0,000
470	0,200	570	0,457	670	0,034	770	0,000
480	0,325	580	0,208	680	0,025	780	0,000
490	0,428	590	0,105	690	0,018	790	0,000

Varredura da solução padrão P3 de dicromato de potássio (K₂Cr₂O₇) 2,7x10⁻⁴ mol.L⁻¹

Comprimento de onda (nm)	Absorvância						
400	0,713	500	0,092	600	0,000	700	0,000
410	0,493	510	0,051	610	0,000	710	0,000
420	0,428	520	0,022	620	0,000	720	0,000
430	0,432	530	0,010	630	0,000	730	0,000
440	0,428	540	0,002	640	0,000	740	0,000
450	0,394	550	0,007	650	0,000	750	0,000
460	0,349	560	0,009	660	0,000	760	0,000
470	0,29	570	0,001	670	0,000	770	0,000
480	0,205	580	0,001	680	0,000	780	0,000
490	0,145	590	0,001	690	0,000	790	0,000

PARTE B: Curvas analíticas

1. Clique no ícone **MODO FOTOMÉTRICO**, encontrado na parte superior do programa (desenho de um velocímetro).
2. Digite o comprimento de onda de maior absorvidade do permanganato de potássio, encontrado na etapa A (Varredura do espectro).
3. Coloque a cubeta com o branco no equipamento e clique em **CAL 0 ABS**.
4. Após o equipamento “zerar” no comprimento de onda escolhido, retire a cubeta com o branco do equipamento e coloque a cubeta com o **padrão P1** do permanganato de potássio no compartimento. Anote o valor observado.
5. Retire a cubeta com o **padrão P1** do permanganato de potássio, e coloque a cubeta com o **padrão P2**. Anote o valor. Faça o mesmo para as demais soluções padrão de permanganato de potássio.
6. Caso tenha observado a interferência do outro analito neste comprimento de onda, faça a leitura dos padrões do outro analito (dicromato de potássio), de acordo com os passos 4 e 5 deste protocolo. Anote os valores na tabela abaixo:

$\lambda = 520 \text{ nm}$	Branco	P1	P2	P3	P4	P5
KMnO_4	0,000	0,282	0,590	0,897	1,175	1,480
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	0,000	0,005	0,009	0,020	0,026	0,032

7. Clique em **PARAR**. Digite o comprimento de onda de maior absorvidade do dicromato de potássio, encontrado na etapa A (varredura do espectro).
8. Coloque a cubeta com o branco no equipamento e clique em **CAL 0 ABS**.
9. Após o equipamento “zerar” no comprimento de onda escolhido, retire a cubeta com o branco do equipamento e coloque a cubeta com o **padrão P1** do dicromato de potássio no compartimento. Anote o valor observado.
10. Retire a cubeta com o **padrão P1** do dicromato de potássio, e coloque a cubeta com o **padrão P2**. Anote o valor. Faça o mesmo para as demais soluções padrão de dicromato de potássio.
11. Caso tenha observado a interferência do outro analito neste comprimento de onda, faça a leitura dos padrões do outro analito (permanganato de potássio), de acordo com os passos 9 e 10 deste protocolo. Anote os valores na tabela abaixo:

$\lambda = 430 \text{ nm}$	Branco	P1	P2	P3	P4	P5
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	0,000	0,090	0,270	0,432	0,590	0,770
KMnO_4	0,000	0,007	0,015	0,022	0,029	0,036

12. Clique em **PARAR**.

PARTE C: Análise da amostra contendo a mistura de permanganato de potássio e dicromato de potássio.

1. Com a caixa **MODO FOTOMÉTRICO** aberta, digite o comprimento de onda de maior absorvidade do permanganato de potássio.
2. Coloque a cubeta com o branco no compartimento e clique em **CAL 0 ABS**.
3. Após o equipamento “zerar” no comprimento de onda escolhido, retire a cubeta com o branco do equipamento e coloque a cubeta com a **amostra**. Anote o valor observado ($A_{\text{TOTAL AMOSTRA}} \lambda \text{ máx. KMnO}_4$)

ABSORBÂNCIA AMOSTRA em 520 nm = 0,950

4. Clique em PARAR.
5. Digite o comprimento de onda de maior absorvidade do dicromato de potássio.
6. Coloque a cubeta com o branco no compartimento e clique em CAL 0 ABS.
7. Após o equipamento “zerar” no comprimento de onda escolhido, retire a cubeta com o branco do equipamento e coloque a cubeta com a **amostra**. Anote o valor observado ($A_{TOTAL AMOSTRA \lambda \text{ máx. } K_2Cr_2O_7}$).

ABSORBÂNCIA AMOSTRA em 430 nm = 0,519

8. Clique em PARAR.
9. Determinar a MOLARIDADE de dicromato de potássio e permanganato de potássio numa amostra fornecida.

$$A_{TOTAL AMOSTRA \lambda \text{ máx. } KMnO_4} = (\epsilon * c_1 * l) KMnO_4 + (\epsilon * c_2 * l) K_2Cr_2O_7$$

$$A_{TOTAL AMOSTRA \lambda \text{ máx. } K_2Cr_2O_7} = (\epsilon * c_1 * l) KMnO_4 + (\epsilon * c_2 * l) K_2Cr_2O_7$$

ONDE:

 $A_{TOTAL AMOSTRA \lambda \text{ máx. } KMnO_4} = (\text{curva analítica 1 permanganato}) \lambda \text{ máx. } KMnO_4 + (\text{curva analítica 2 dicromato}) \lambda \text{ máx. } KMnO_4$
 $A_{TOTAL AMOSTRA \lambda \text{ máx. } K_2Cr_2O_7} = (\text{curva analítica 3 permanganato}) \lambda \text{ máx. } K_2Cr_2O_7 + (\text{curva analítica 4 dicromato}) \lambda \text{ máx. } K_2Cr_2O_7$
Curva analítica: (ax + b)...da regressão linear.

	Linearização (y=ax+b)	Correlação (R ²)
Curva 1: KMnO₄ em $\lambda_{\text{máx}}$ permanganato		
Curva 2: K₂Cr₂O₇ em $\lambda_{\text{máx}}$ permanganato		
Curva 3: KMnO₄ em $\lambda_{\text{máx}}$ dicromato		
Curva 4: K₂Cr₂O₇ em $\lambda_{\text{máx}}$ dicromato		

RESULTADOS:

Molaridade KMnO₄ na mistura	
Molaridade K₂Cr₂O₇ na mistura	