

Norma técnica para determinação de Cr e Mn por espectrofotometria

OBJETIVO determinação colorimétrica de KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$			N COL-01	REV 01
VISTO	KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ Preparo e medidas de curvas de calibração na faixa de 400nm a 800nm de comprimento de onda Determinação de misturas Método de ensaio		APLICAÇÃO Téc. Anal.Quím Aula prática	
DATA	INICIAL 30/05/17 REVISÃO 06/06/17		APROVAÇÃO Maria da Rosa Capri	

1. OBJETIVO

Esta norma prescreve o método de construção de curvas de calibração e a determinação da concentração real de uma mistura de KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em solução de H_2SO_4 1,5 N (0,75M) através de cálculos utilizando a lei de Beer.

2. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

2.1- Relatórios de experimentos de determinação de Dicromato e Permanganato.

3. APARELHAGEM

- 3.1 balão volumétrico de 100 ml
- 3.2 pisseta com água destilada
- 3.3 pipeta
- 3.4 bureta
- 3.5 erlenmeyer de 250 ml
- 3.6 estufa de secagem.
- 3.7 espectrofotômetro feixe simples.

4. REAGENTES

- 4.1 Ácido sulfúrico concentrado p.a.;
- 4.2 Permanganato de potássio p.a.;
- 4.3 Dicromato de potássio p.a..

5. EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Preparo das soluções de KMnO_4 0,0167N

- 5.1.1 Adicionar 10 ml de H_2SO_4 concentrado em balão volumétrico de 250ml com cerca de metade de seu volume com água destilada;
- 5.1.2 Adicionar (exatamente) cerca de 0,6568 g de KMnO_4 e dissolver;
- 5.1.2 Completar o volume a 250ml com água destilada.

5.2 Preparo das soluções de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,02N.

- 5.2.1 Secar em estufa a 110. C, por 3 horas, cerca de 1,5 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ anidro;
- 5.2.2 Transferir para dessecador e deixar esfriar até a temperatura ambiente;
- 5.2.3 Pesar (exatamente) cerca de 1,4791 g do sal. Anotar a massa (M);

5.2.4 Transferir quantitativamente, com o auxílio de 50 a 75ml de água destilada, para balão volumétrico de 250ml;

5.3 Construção das curvas de calibração de $K_2Cr_2O_7$.

5.3.1 Lave, rinse e encha uma bureta de 25 mL com a solução padrão;

5.3.2 Colocar em balão volumétrico de 100mL cerca de 50 mL de água destilada;

5.3.3 Adicione **vagarosa e cuidadosamente, com agitação constante**, 1 mL de ácido sulfúrico concentrado ao balão volumétrico;

5.3.4 Adicione exatamente 2ml da solução padrão da bureta ao balão volumétrico;

5.3.5 Complete o volume do balão com água destilada e homogeneize a solução;

5.3.6 Repita os passos 5.3.2 à 5.3.5 mais quatro vezes, utilizando os volumes 0 (branco) e os volumes 2,5ml, 3,0ml, 3,5ml e 4m para cada solução a ser analisada;

5.4 Construção das curvas de calibração de $KMnO_4$.

5.4.1 Lave, rinse e encha uma bureta de 25 mL com a solução padrão;

5.4.2 Colocar em balão volumétrico de 100mL cerca de 50 mL de água destilada;

5.4.3 Adicione **vagarosa e cuidadosamente, com agitação constante**, 1 mL de ácido sulfúrico concentrado ao balão volumétrico;

5.4.4 Adicione exatamente 1mL da solução padrão da bureta ao balão volumétrico;

5.4.5 Complete o volume do balão com água destilada e homogeneize a solução;

5.4.6 Repita os passos 5.3.2 à 5.3.5 mais quatro vezes, utilizando os volumes 0 (branco) e os volumes 0,2mL, 0,4mL, 0,6mL e 0,8mL para cada solução a ser analisada;

5.5 Medidas espectrofotométricas (Espectrofotômetro FEMTO 600).

5.5.1- Ligar o estabilizador de voltagem e o espectrofotômetro e deixar estabilizar por 30 minutos; ajustar o intervalo de análise de 400nm a 800nm;

5.5.2- Lavar as celas de amostra com água e detergente. NÃO USAR ESCOVAS OU OUTROS UTENSÍLIOS QUE POSSAM RISCAR A SUPERFÍCIE DO TUBO;

5.5.3- Secar a parte externa do tubo com um papel absorvente macio. NÃO USAR PAPEL TOALHA OU PAPEL HIGIÊNICO GROSSO;

5.5.4- Preparar todas as soluções das curvas de calibração de permanganato e dicromato de potássio;

5.5.5- Colocar a solução "branco" em uma das celas de amostra (cerca de 3/4 do volume total do tubo). NÃO ESQUEÇA DE SECAR A PARTE EXTERNA DA CELA;

5.5.6- Colocar o tubo na abertura do aparelho, ajustando a marca existentes no tubo com a do aparelho;

5.5.7- Ajustar o comprimento de onda para 420 nm;

5.5.8- Selecionar o modo de leitura para ABSORBÂNCIA;

5.5.9- Colocar a cela de amostra contendo o branco no aparelho;

5.5.10- Ajustar os botões (ajuste e ajuste fino) até obter o valor 0,000 no visor;

5.5.11- Trocar a cela de amostra por uma contendo o primeiro padrão da curva analítica de KMnO_4 ;

5.5.12- Anotar o valor de absorbância que aparece do visor

5.5.13- Colocar o tubo contendo o próximo padrão no aparelho e medir a absorbância;

5.5.18- Repetir os passos 5.4.12 e 5.4.13 até que todos os padrões tenham sido lidos;

5.5.19- Ler a absorbância das amostras desconhecidas;

5.5.21- Mudar o comprimento de onda ajustado no passo 5.5.7 de 420nm para 510 nm e repetir o procedimento a partir do item 5.4.7 para as curvas de calibração e amostra;

5.5.22- Desligar o aparelho;

5.5.23- Lavar as celas de amostra;

5.5.24- Calcular as concentrações de KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ das amostras (em N° de mols por litro e em gramas por litro). Calcule também o desvio relativo entre o valor esperado e o obtido experimentalmente.

5.6 Cálculo das concentrações de KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ na amostra.

5.6.1- Primeiramente, calcular os valores das concentrações de cada solução utilizada (S1,S2,S3, etc);

5.6.2- Fazer a curva de Absorbância vs Concentração e verificar se em toda faixa de concentração estudada é obedecida a lei de Beer;

5.6.3- Com estes dados é possível calcular as concentrações da amostra resolvendo o sistema:

$$A_{(420)} = A_{(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} + A_{(\text{KMnO}_4)}$$

$$A_{(510)} = A_{(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} + A_{(\text{KMnO}_4)}$$