

ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA – EEL/USP

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

ANÁLISE INSTRUMENTAL

PROFESSORA: MARIA DA ROSA CAPRI

1º SEMESTRE - 2017

OBJETO Especiação de cromo usando método espectrofotométrico e análise multicomponente		N. COL-01	REV. 01
VISTO		Preparo e medida de curvas de calibração na faixa de 300 a 900nm. Determinação de cromo VI e cromo III.	APLICAÇÃO Tec. Anal. Quím Análise de metais em água
DATA	INICIAL 23/05/17		APROVAÇÃO Maria da Rosa Capri
	REVISÃO 09/06/17		

1. OBJETIVO

Esta norma prescreve o método de separação e quantificação de cromo III e cromo IV em amostras de água por espectrofotômetro UV-Vis e análise multicomponente.

2. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES**3. APARELHAGEM**

- 3.1 Espectrofotômetro UV-Vis Agilent;
- 3.2 Cubeta de fluxo contínuo de 62 µL de capacidade e 1cm de caminho ótico;
- 3.3 Placa de aquecimento AMA 085;
- 3.4 Papel pH Merck;
- 3.5 Computador Hewlett-Packard 7540;

3.6 Sistema de purificação de água Milli-Q Gradiente acoplado a um sistema Elix;

3.7 Erlenmeyer de 125 mL;

3.8 Condensador tipo dedo-frio;

3.9 Balão volumétrico;

4. REAGENTES

4.1 Água ultrapura;

4.2 H₂SO₄ (0,45 mol L⁻¹);

4.3 EDTA;

4.4 DPC;

4.5 Acetona;

4.6 Titrisol;

4.7 Fixanal;

5. EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Preparo das soluções padrão.

Preparar as soluções-padrão estoque contendo 1000 mg L⁻¹ de Cr (III) e Cr (VI) a partir do concentrado Titrisol e concentrado Fixanal, respectivamente. Preparar as soluções de concentrações intermediárias de Cr (III) e Cr (VI) por diluição das soluções-estoque com água. Preparar as soluções-padrão mistas com 100 mg L⁻¹ Cr(III) e 10 mg L⁻¹ Cr(VI) em água. Preparar a solução de DPC dissolvendo-se 250 mg do reagente em 50 mL de acetona.

5.2 Preparação das Soluções-Amostra

Transferir uma alíquota da amostra, contendo de 0,25 a 2,5 mg Cr(III) e de 2,5 µg a 25 µg Cr(VI) para um frasco Erlenmeyer de 125 mL. Adicionar um excesso de EDTA (cerca de 65 mg) para a complexação do Cr(III). Utilizar cerca de 500 µL de uma solução de H₂SO₄ 0,45 mol L⁻¹ para ajustar o pH em cerca de 4,5. Em seguida, aquecer a solução a 90° C por 5 min. Usar um condensador tipo dedo-frio com água gelada para evitar perdas do analito. Após arrefecimento à temperatura ambiente, adicionar 1 mL da solução de DPC para reagir com Cr(VI). Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL, e completar o volume com água. Deixar a solução em repouso por 5-10 min para o completo desenvolvimento da cor. Uma alíquota

é transferida automaticamente pelo sistema Sipper para a cubeta, e as medidas de absorvância são lidas na faixa de 300 a 900 nm. As soluções-padrão mistas usadas para construir as curvas analíticas são submetidas ao mesmo procedimento.

5.3 Cálculo das Concentrações de Cromo pela Análise Multicomponente

A determinação e quantificação simultânea das concentrações das espécies de Cr(III) e Cr(VI), realizada pelo software do espectrofotômetro, utiliza uma extensão da lei de Beer para m componentes, chamada de Análise Multicomponente (MCA).

$$A = \sum_{i=1}^m E_i c_i d$$

Onde: A é a absorvância da mistura dos m componentes; E_i é a absorvidade molar ou coeficiente de extinção dos i -enésimos componentes ($L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$); c_i é a concentração dos i -enésimos componentes (mol L^{-1}) e d é o caminho ótico da cubeta (cm).

A Equação é aplicada para cada comprimento de onda no intervalo de 300 a 900 nm, em incrementos de 1 nm. A calibração é realizada através da combinação das medidas de absorvância e suas derivadas para calcular os resultados de concentração dos analitos e os erros inerentes às medidas. Porém, em vez de calcular a função analítica como uma média, como ocorre na análise de monocomponente, determina-se a função multicomponente individual resultante para cada comprimento de onda. A suposição básica na Análise Multicomponente está contida na equação da lei de Beer aplicada a cada comprimento de onda, acrescida de um erro estatístico provocado pelo uso dos valores experimentais .

$$f_j = \sum_{i=1}^m E_{ji} c_i d + \varepsilon_j \quad j = 1, \dots, n$$

Onde: m é o número de componentes; n é o número de comprimentos de onda; f_j é o resultado da função para j -enésimos comprimentos de onda; E_{ji} é a absorvidade molar ou coeficiente de extinção molar dos i -enésimos componentes nos j -enésimos comprimentos de onda. ε_j é o erro estatístico para o comprimento de onda j .