



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Escola de Engenharia de Lorena – EEL

FELIPE TEIXEIRA PALMA
HOMERO OLIVEIRA GAETA
JOÃO VICTOR FERRAZ LOPES RAMOS
LUCAS MATEUS SOARES
SABRINA LEMOS SOARES

ANÁLISE INSTRUMENTAL

PROFESSORA: MARIA DA ROSA CAPRI

LORENA – SÃO PAULO
2017

OBJETO 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 medida de curvas de calibração.	APLICAÇÃO Tec. Anal. Quím Aula prática
DATA	INICIAL 01/03/01	Determinação de misturas com absorvância de Dicromato entre 0,143 e 1,996nm e Permanganato entre 0,295 e 0,572nm.	APROVAÇÃO Ângelo Capri Neto
	REVISÃO 06/06/17		

1. OBJETIVO

Esta norma tem por objetivo orientar a 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 por meio de cálculos utilizando a Lei de Beer-Lambert, além de orientar a quantificação desses íons em amostras.

2. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

3. APARELHAGEM

- 3.1. Balão volumétrico de 100 mL;
- 3.2. Pipetas volumétricas de 1 mL e 10 mL;
- 3.3. Pisseta com água destilada;
- 3.4. Balança analítica com precisão de $\pm 0,0001\text{g}$;
- 3.5. Estufa de secagem a 110°C ;

3.6. Balão volumétrico da 250ml;

4. REAGENTES

4.1. Ácido sulfúrico concentrado ($d = 1,84 \text{ g/mL}$) p.a.;

4.2. Permanganato de potássio p.a.;

4.3. Dicromato de potássio p.a..

5. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

5.1. Preparo da solução de KMnO_4 0,021N

5.1.1. Adicionar 2,5 ml de H_2SO_4 concentrado em balão volumétrico de 250 ml com cerca de metade de seu volume com água destilada;

5.1.2. Adicionar (exatamente) cerca de 0,8380 g de KMnO_4 e dissolver;

5.1.3. Completar o volume a 250ml com água destilada.

5.2. Preparação da solução padrão e Dicromato de Potássio 0,0167N

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 0,6203 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;

5.2.5. Completar o volume do balão com água destilada.

5.3. Preparo das soluções padrão de KMnO_4 e KCr_2O_7 para curva analítica

Uma vez lida a amostra e identificada(s) a(s) aditividade(s) nos comprimentos de onda de 430 e 520 nm, um conjunto de 4 soluções padrão deve ser preparado, de forma a permitir uma curva analítica confiável para determinação das concentrações de cada componente na amostra.

5.3.1. Preparo da solução de dicromato de potássio

5.2.1.1. Em um balão volumétrico de 100 mL, usando uma pipeta volumétrica, adicionar 25 mL da solução de dicromato de potássio acidificada ($C = 0,0167 \text{ mol/L}$). Adicionar aproximadamente 30 mL de água e acrescentar, lentamente, 0,75 mL de ácido sulfúrico concentrado. Completar o balão com água até o menisco;

5.2.1.2. Repetir o procedimento 5.2.1.1. em outros 3 balões volumétricos, modificando as quantidades de solução padrão e ácido sulfúrico adicionadas, sendo 10, 5 e 2,5 mL de solução padrão e 0,9, 0,95 e 0,975 mL de ácido, respectivamente.

5.3.2. Preparo das soluções padrão de permanganato de potássio

5.2.2.1. Em um balão volumétrico de 100 mL, usando uma pipeta volumétrica, adicionar 2,5 mL da solução de permanganato de potássio acidificada ($C = 0,021 \text{ mol/L}$). Adicionar aproximadamente 70 mL de água e acrescentar, lentamente, 0,975 mL de ácido sulfúrico concentrado. Completar com água até o menisco;

5.2.2.2. Em um balão volumétrico de 100 mL, adicionar 2,5 mL da solução de permanganato de potássio acidificada ($C = 0,021 \text{ mol/L}$). Completar o balão até o menisco. Usando uma pipeta volumétrica, transferir 50 mL da solução para um segundo balão volumétrico. Acrescentar 40 mL de água e 0,9875 mL de ácido. Completar com água até o menisco.

5.2.2.3. Repetir o procedimento 5.2.2.2. em outros 2 balões volumétricos, modificando as quantidades de solução padrão e ácido sulfúrico adicionadas, sendo 2 e 1 mL de solução padrão e 0,98 e 0,99 mL de ácido sulfúrico, respectivamente.

5.4. Leitura das absorvâncias das soluções padrão

5.3.1. Lavar três cubetas de amostra com água e detergente, tomando cuidado para não causar arranhões nas laterais lisas;

5.3.2. Secar a parte externa das mesmas com papel macio, de forma cuidadosa;

5.3.3 Inserir um pouco do “branco” em uma cubeta (Completar $\frac{3}{4}$ do volume, aproximadamente);

5.3.4. Colocar o tubo na abertura do aparelho, tomando cuidado para manter uma das faces lisas voltada para a fonte de emissão de luz;

5.3.5. Clicar no botão “Linha base”. Aguardar até que o mesmo volte à sua condição normal;

- 5.3.6. Rinsar uma das cubetas com um dos padrões de dicromato e a outra com um dos padrões de permanganato preparados;
- 5.3.7. Substituir a cubeta com “branco” por uma das cubetas rinsadas;
- 5.3.8. Ajustar o comprimento de onda para 430 nm e realizar a leitura do padrão. Anotar o valor de absorvância;
- 5.3.9. Repetir o procedimento 5.3.8. com os outros padrões;
- 5.3.10. Repetir os procedimentos 5.3.8. e 5.3.9. utilizando um comprimento de onda de 520 nm.

Caso a varredura da amostra (descrita na seção 5.1) não tenha indicado aditividade em um dos comprimentos de onda, basta conferir pela tabela a qual dos componentes da mistura pertence tal absorvância, sendo somente necessária a leitura dos padrões de tal substância no referido comprimento de onda.

5.5. Cálculo dos valores das inclinações das retas

Considerando a relação entre absorvância e concentração linear, segundo a Lei de Beer-Lambert.

- 5.4.1. Realizar a regressão linear dos dados de absorvância dos padrões de cada substância nos distintos comprimentos de onda e das concentrações de cada solução padrão.
- 5.4.2. Em posse dos valores dos coeficientes angulares, segundo a Lei de Beer-Lambert:

$$A_1 = a_1 C_1 + a_2 C_2$$

$$A_2 = a_3 C_1 + a_4 C_2$$

Sendo A_1 e A_2 as absorvâncias totais nos diferentes comprimentos de onda e C_1 e C_2 as concentrações de dicromato e permanganato, enquanto os valores de “a” que multiplicam tais grandezas são os coeficientes angulares calculados para tais compostos nos referidos comprimentos de onda analisados.

- 5.4.3. Utilizando os valores de absorvância obtidos no item 5.1., resolver o sistema matemático originado.

$$C_2 = \frac{a_3 A_1 - a_1 A_2}{a_3 a_2 - a_1 a_4}$$

$$C_1 = \frac{A_1 - a_2 C_2}{a_1}$$