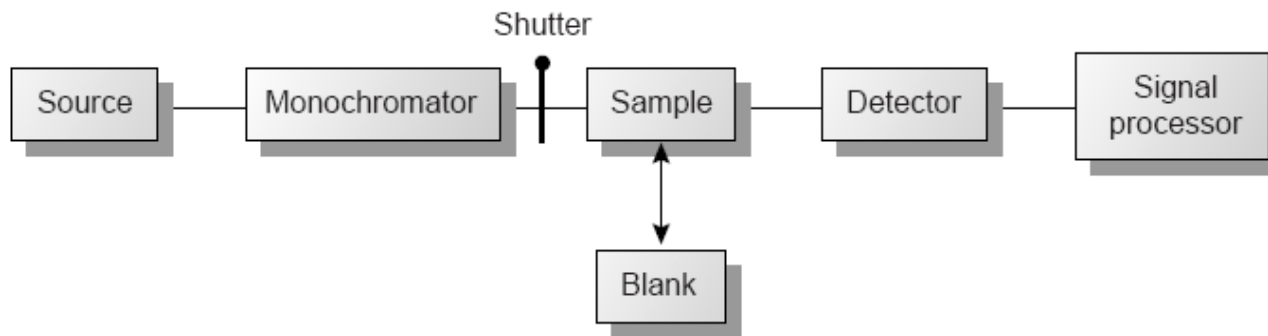
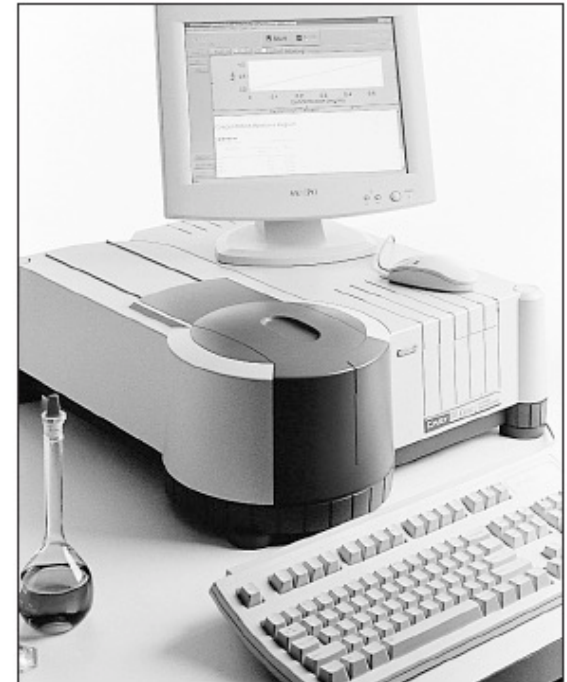


# Modo de trabalho



## Dicas Úteis

- ✓ Verificar antes se o composto a ser analisado absorve luz (UV-Vis);
- ✓ Nunca esquecer de usar o branco com soluções o mais próximo possível das soluções em análise;
- ✓ Sempre limpar as cubetas antes do uso;
- ✓ Cuidados com poeira;
- ✓ Cuidados ao ajustar as cubetas.

## Análise Quantitativa

- Curva analítica com padrões conhecidos
- Por comparação com solução padrão

# A escolha do $\lambda$

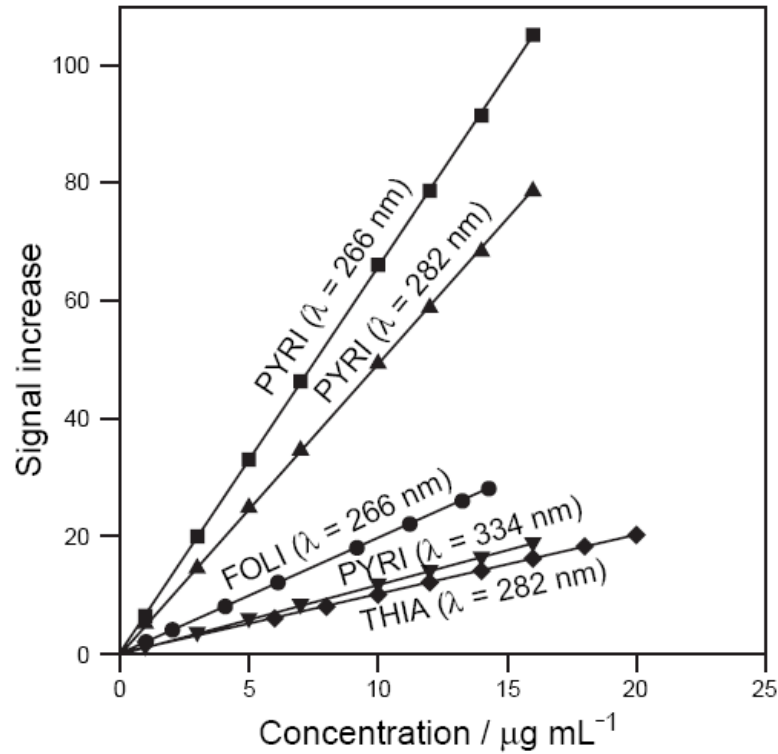
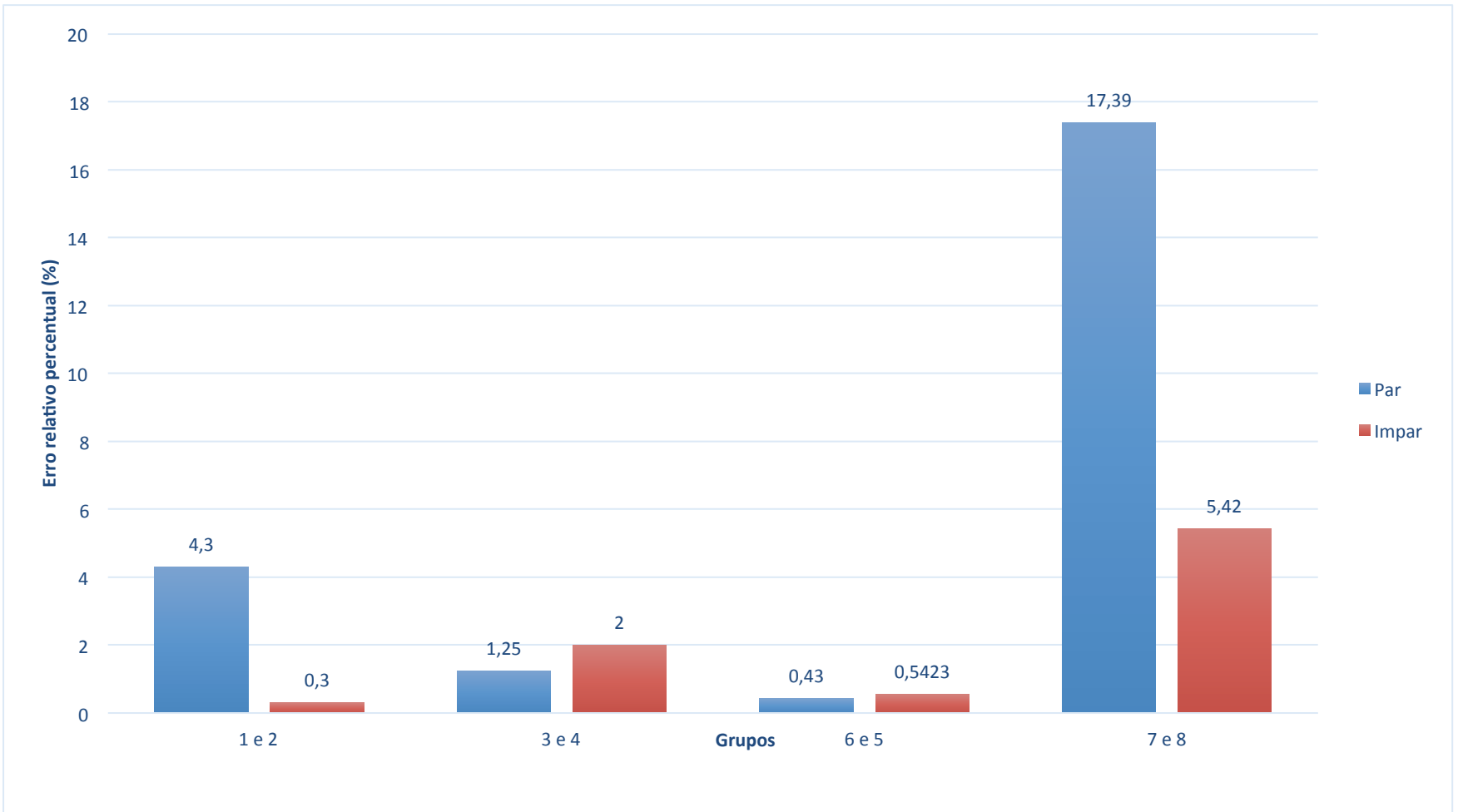


Figure 3. Calibration graphs for pyridoxine (PYRI), folic acid (FOLI), and thiamine (THIA) at the indicated values of  $\lambda$ .

# Curva Analítica com Padrões Conhecidos

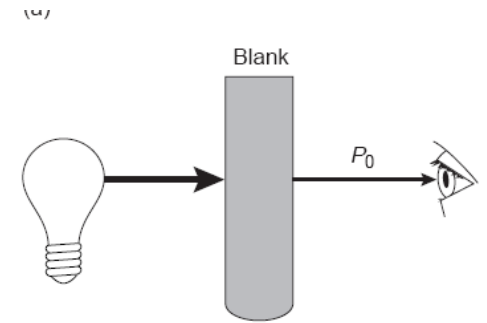
Concentração (mg/mL)	ABS
1	0,2
2	0,4
3	0,6
4	0,8

$$y = ax + b$$



Erros %	Grupos
Abaixo de 0,5	2 e 6
Entre 0,5 e 1	5
Entre 1 e 2	3 e 4
Entre 2 e 5	1 e 5
Ácima de 15	7

$$A = \epsilon C l$$



- 1 – ajustar comprimento de onda
- 2 – ler o branco
- 3 – ler amostra

## MISTURAS

$$A_{\text{total}} = \epsilon_1 C_1 l + \epsilon_2 C_2 l + \epsilon_3 C_3 l$$

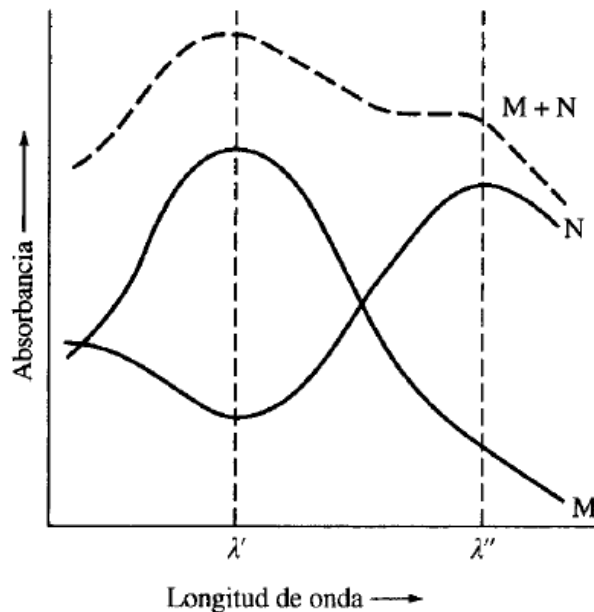
# MISTURAS

$$A_{\text{total}} = \varepsilon_1 C_1 l + \varepsilon_2 C_2 l + \varepsilon_3 C_3 l$$



# Determinação de misturas

- (2 espécies absorvem no mesmo  $\lambda$ )



**Figura 14-14.** Espectro de absorción de una mezcla de dos compuestos. Las longitudes de onda óptimas  $\lambda'$  y  $\lambda''$  para la determinación de los dos compuestos se indican con líneas verticales discontinuas.

$$A' = \epsilon'_M bc_M + \epsilon'_N bc_N \quad (\text{a } \lambda')$$

$$A'' = \epsilon''_M bc_M + \epsilon''_N bc_N \quad (\text{a } \lambda'')$$

## Sistema $n > 2$ ???

- absorbâncias são aditivas.
- O tratamento matemático a é simplificado quando é possível encontrar um comprimento de onda de medida onde apenas um absorve.

Alguns exemplos -

Determinação simultânea de dicromato e permanganato

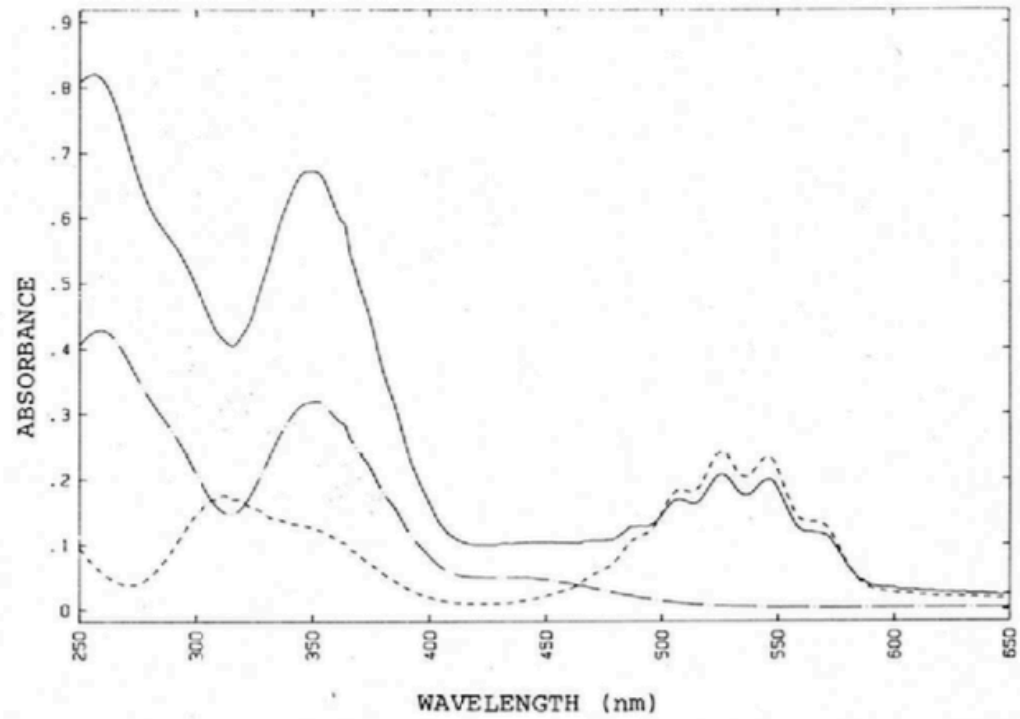


Figure 1. UV-visible spectrum of  $1.0 \times 10^{-4} \text{ M MnO}_4^-$  (---),  $1.0 \times 10^{-4} \text{ M Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (- · -), and their mixture (—).

Ref. 1 do roteiro

**Table 1. Absorbances of Permanganate, Dichromate, and Their Mixture Used in the Linear Regression for the Resolution of the Mixture**

$\lambda$	MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> standard	Absorbance Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup> standard	Mixture
266	0.042	0.410	0.766
288	0.082	0.283	0.571
320	0.168	0.158	0.422
350	0.125	0.318	0.672
360	0.056	0.181	0.366

**Experimento 1.2:** Determinação espectrofotométrica simultânea de uma mistura de Cr e Mn.

Dissolver 0,6 g de  $K_2Cr_2O_7$  em 500 mL de água. Escorrer pelas paredes 14 mL de ácido sulfúrico concentrado, 2 g de  $KIO_4$  e completar para 1 litro.



Dissolver 0,064 g de  $KMnO_4$  em 500 mL de água. Escorrer pelas paredes 14 mL de ácido sulfúrico concentrado, 2 g de  $KIO_4$  e completar para 1 litro.



Traçar os espectros (400 a 600 nm) de cada solução para confirmar os respectivos  $\lambda_{m\acute{a}x}$ , usando a solução ácida diluída de  $H_2SO_4$  0,25 M como branco.



O dicromato deve apresentar máximo de absorção em 440 nm e o permanganato, 525 nm.



Para resultados adicionais, fazer novamente essas últimas medidas para outras duas ou três soluções diferentes usando ácido sulfúrico 0,25 M para completar os balões de 25 mL. Meça cada uma delas nos  $\lambda_{m\acute{a}x}$  ideais.



Montar uma tabela com os valores de absorbância obtidos para cada solução e colocar suas concentrações (mol L<sup>-1</sup> e mg/L).



Calcular a absortividade média e a absortividade molar média de cada solução, nos dois comprimentos de onda utilizados. Montar um sistema de equações simultâneas com os valores de  $a_m$  e  $\epsilon$ .



Ler a absorbância de uma amostra sintética conhecida e outra desconhecida contendo Cr e Mn. Calcular a concentração de cada componente da amostra com os valores obtidos e com a equação montada no item anterior. Calcular o erro de aditividade das absorções.



Procurar na literatura o procedimento para realizar tal análise diretamente em amostras de aço.



# BLOCO 1



Experimento 1.2 - Determinação espectrofotométrica simultânea de  
umas misturas de Cu e Mn

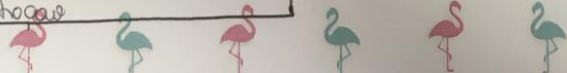
• Procedimentos:

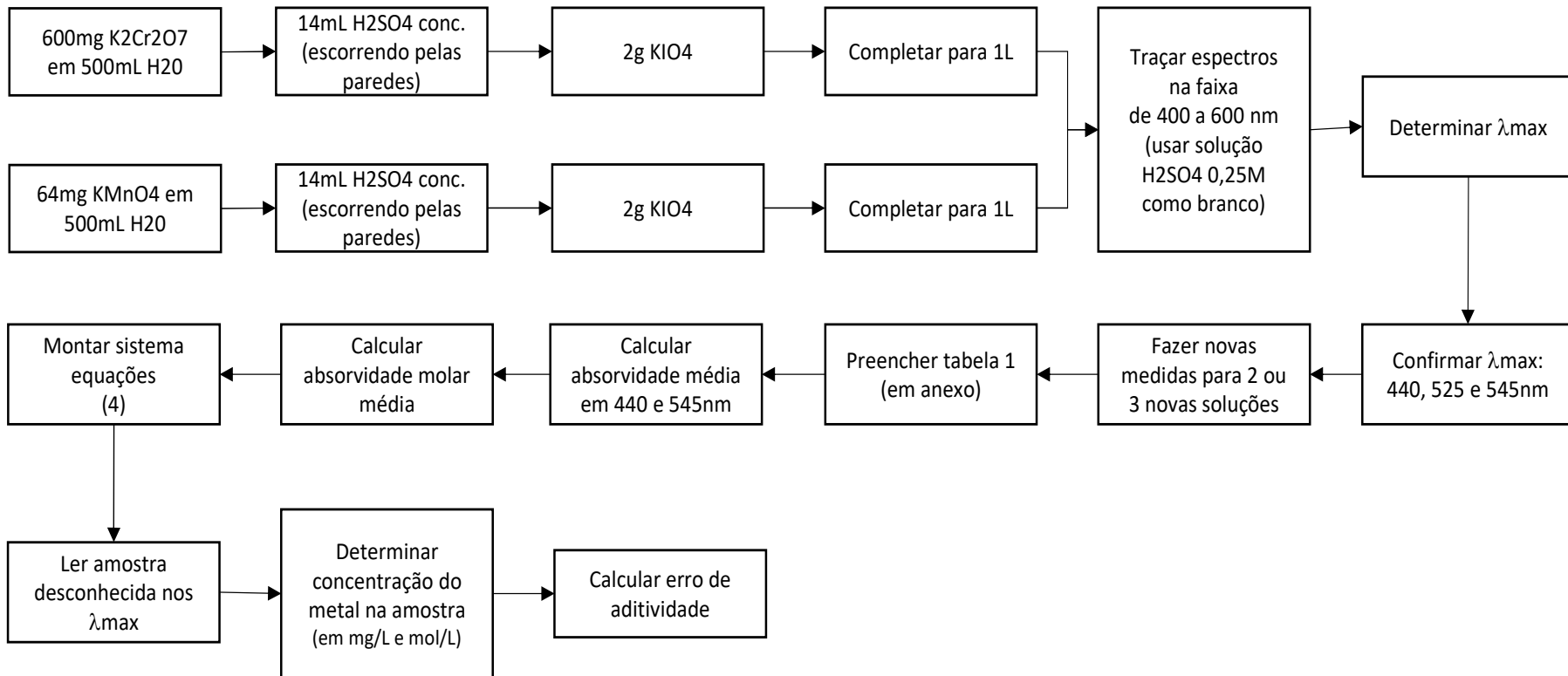
0,600 g $K_2Cr_2O_7$ em 500ml de $H_2O$ + 14 ml de $H_2SO_4$ + 2g $KIO_4$ e completar 1L	→	preparar outras soluções idênticas a primeira porém com 0,064g de $K_2MnO_4$	→
---	---	---	---

fazer os espectros (400 a 600nm) das soluções; confirmar a absorbância máxima em $\lambda_{max}$ (440, 535 e 545nm)	→	diluir as soluções originais de maneiras conhecidas usando $H_2SO_4$ 0,25M; controle e fazer novas medidas
---	---	---

fazer um novo tabelo com os valores de cada solução nos dois $\lambda_{max}$ e concentrações	→	Calcular absorbância média e us $\epsilon$ e montar um sistema de equações
--	---	--

fazer absorbância de umas amostras conhecidas e outras desconhecidas dentro de uma faixa de concentrações, medir absorbância em 440 e 545nm, use as eq. anteriores para calcular as concentrações	→	Consultar como realizar os procedimentos em amostras de aço
---	---	---





$$A_i = k_{i1}C_1 + k_{i2}C_2 \quad (1)$$

$$VA_i = k_{i1}n_1 + k_{i2}n_2 \quad (2)$$

$$Q_i = VA_i = k_{i1}(\Delta n_1 + n_1^\circ) + k_{i2}(\Delta n_2 + n_2^\circ) \quad (3)$$

$$\Delta Q_i = k_{i1}(\Delta n_1) + k_{i2}(\Delta n_2) \quad (4)$$

$$VA_1^\circ = k_{11}n_1^\circ + k_{12}n_2^\circ \quad (5)$$

$$VA_2^\circ = k_{21}n_1^\circ + k_{22}n_2^\circ \quad (6)$$

The GSAM program (Fortran program and/or HP-41C version) is available from Infometrix, Inc., P.O. Box 25808, Seattle, WA 98125. If a computer is not available, the  $k$ 's can be determined as the slopes of  $\Delta Q_i$  versus  $\Delta n_j$  plots. Then the  $k$ 's are used in eqns. (5) and (6) to calculate analyte amounts. The  $k$ 's can be substantially different from sample to sample (the matrix effect problem). However, if care is taken, the GSAM will always yield the correct analyte values.



