

ATIVIDADE EXPERIMENTAL Nº 1

DETERMINAÇÃO DO ESPECTRO DE ABSORÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS DE PERMANGANATO DE POTÁSSIO, CROMATO DE POTÁSSIO, DICROMATO DE POTÁSSIO E SULFATO DE COBRE

Materiais:

01 balão volumétrico de 100 mL
01 béquer de 250 mL
01 pipeta graduada (5 mL)
02 Béqueres 500 mL (descarte)
02 cubetas de vidro
Água destilada
CuSO₄.5H₂O 0,04 mol L⁻¹ (250 mL)
K₂CrO₄ 0,02 mol L⁻¹ (250 mL)
K₂CrO₇ 0,02 mol L⁻¹ (250 mL)
KMnO₄ 0,02 mol L⁻¹ (250 mL)
Papel macio para limpeza das cubetas

Instruções:

A cubeta tem dois lados que são foscos, os quais devem ser utilizados para segurá-la e para colocar no compartimento de amostra do espectrofotômetro. Evite tocar nos lados transparentes da cubeta, pois constituem o caminho ótico. A oleosidade dos dedos influencia na medida da absorvância.

Procedimento (KMnO₄):

1. Pipetar 2 mL de uma solução estoque de permanganato de potássio (KMnO₄), de concentração $2,0 \cdot 10^{-2}$ mol L⁻¹, e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Encher uma cubeta, cujo caminho ótico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Em seguida, devem ser medidas as absorvâncias nos

seguintes comprimentos de onda: 350, 355, 360, 365, 375, 390, 400, 415, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510, 520, 525, 530, 540, 545, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630 nm.

3. Para cada ajuste de comprimento de onda colocar a cubeta com água destilada no caminho óptico e ajustar a absorvância em 0. Construir um gráfico dos valores de absorvância medidos em função do comprimento de onda selecionado. Trazer o gráfico na próxima aula de laboratório.

Procedimento (K_2CrO_4):

1. Pipetar 6 mL de uma solução estoque de cromato de potássio ($K_2Cr_2O_4$), de concentração $2,0 \cdot 10^{-2}$ mol L^{-1} , e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Em seguida, devem ser medidas as absorvâncias nos seguintes comprimentos de onda: 350, 355, 360, 365, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500 nm.
3. Para cada ajuste de comprimento de onda colocar a cubeta com água destilada no caminho óptico e ajustar a absorvância em 0. Construir um gráfico dos valores de absorvância medidos em função do comprimento de onda selecionado. Trazer o gráfico na próxima aula de laboratório.

Procedimento ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$):

1. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com a solução $0,04$ mol L^{-1} de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Encher a outra cubeta com água destilada, que será o branco. Em seguida, devem ser medidas as transmitâncias nos seguintes comprimentos de onda: 440, 460, 480, 500, 520, 540, 560, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640, 650, 670, 680, 690, 700, 710, 720, 730, 740, 750, 760, 770, 775, 780, 785, 790, 795, 800, 805, 810, 815, 820, 830, 840, 850, 860, 870 nm.
2. Para cada ajuste de comprimento de onda colocar a cubeta com água destilada no caminho óptico e ajustar a absorvância em 0. Construir um gráfico dos valores de

absorvância medidos em função do comprimento de onda selecionado. Trazer o gráfico na próxima aula de laboratório.

Procedimento ($K_2Cr_2O_7$):

1. Pipetar 4 mL de uma solução estoque de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$), de concentração $2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$, e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Em seguida, devem ser medidas as absorvâncias nos seguintes comprimentos de onda: 350, 355, 360, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510 nm.
3. Para cada ajuste de comprimento de onda colocar a cubeta com água destilada no caminho óptico e ajustar a absorvância em 0. Construir um gráfico dos valores de absorvância medidos em função do comprimento de onda selecionado. Trazer o gráfico na próxima aula de laboratório.

ATIVIDADE EXPERIMENTAL N° 2

DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE ABSORTIVIDADE MOLAR DE SOLUÇÕES AQUOSAS DE PERMANGANATO DE POTÁSSIO, CROMATO DE POTÁSSIO, DICROMATO DE POTÁSSIO E SULFATO DE COBRE

Materiais:

05 balões volumétricos de 100 mL (2 grupos)

05 balões volumétricos de 250 mL (2 grupos)

01 béquer de 250 mL

01 pipeta graduada (5 mL)

02 Béqueres 500 mL (1 para os sais de cromo e outro para KMnO_4 e CuSO_4)

02 cubetas de vidro

Água destilada

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $0,04 \text{ mol L}^{-1}$ (250 mL)

K_2CrO_4 $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ (250 mL)

K_2CrO_7 $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ (250 mL)

KMnO_4 $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ (250 mL)

Papel macio para limpeza das cubetas

Instruções:

A cubeta tem dois lados que são foscos, os quais devem ser utilizados para segurá-la e para colocar no compartimento de amostra do espectrofotômetro. Evite tocar nos lados transparentes da cubeta, pois constituem o caminho ótico. A oleosidade dos dedos influencia na medida da absorvância.

Procedimento (KMnO_4):

1. A partir de uma solução estoque de permanganato de potássio (KMnO_4), de concentração $2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$, preparar soluções padrão, utilizando uma pipeta graduada, pipetando os volumes de 1 mL, 2 mL, 4 mL, 5 mL e 6 mL, em balões

volumétricos de 250 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.

2. Com base no espectro obtido na aula anterior (gráfico de absorção em função do comprimento de onda), escolher dois comprimentos de onda, sendo um deles máximo, para efetuar as medidas de absorvância das soluções.
3. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Ajustar a absorvância do branco para zero, e realizar a medida da absorvância das soluções nos comprimentos de onda selecionados.
4. Calcular as concentrações das soluções que foram preparadas, e construir duas curvas de calibração utilizando o software Excel ou equivalente (uma para cada λ). Aplicar a regressão linear e a partir da equação da reta determinar o coeficiente de absorvidade molar para o KMnO_4 no comprimento de onda selecionado.

Procedimento (K_2CrO_4):

1. A partir de uma solução estoque de cromato de potássio (K_2CrO_4), de concentração $2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$, preparar soluções padrão, utilizando uma pipeta graduada, pipetando os volumes de 4 mL, 6 mL, 8 mL, 10 mL e 12 mL, em balões volumétricos de 100 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Com base no espectro obtido na aula anterior (gráfico de absorção em função do comprimento de onda), escolher dois comprimentos de onda, sendo um deles máximo, para efetuar as medidas de absorvância das soluções.
3. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Ajustar a absorvância do branco para zero, e realizar a medida da absorvância das soluções nos comprimentos de onda selecionados.
4. Calcular as concentrações das soluções que foram preparadas, e construir duas curvas de calibração utilizando o software Excel ou equivalente (uma para cada λ). Aplicar a regressão linear e a partir da equação da reta determinar o coeficiente de absorvidade molar para o K_2CrO_4 no comprimento de onda selecionado.

Procedimento (CuSO₄·5H₂O):

1. Preparar soluções de sulfato de cobre (CuSO₄·5H₂O; 249,68 g mol⁻¹) nas concentrações de 2,0·10⁻², 3,0·10⁻², 4,0·10⁻², 5,0·10⁻² e 6,0·10⁻² mol L⁻¹ em balões volumétricos de 250 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Com base no espectro obtido na aula anterior (gráfico de absorção em função do comprimento de onda), escolher dois comprimentos de onda, sendo um deles máximo, para efetuar as medidas de absorvância das soluções.
3. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Ajustar a absorvância do branco para zero, e realizar a medida da absorvância das soluções nos comprimentos de onda selecionados.
4. Calcular as concentrações das soluções que foram preparadas, e construir duas curvas de calibração utilizando o software Excel ou equivalente (uma para cada λ). Aplicar a regressão linear e a partir da equação da reta determinar o coeficiente de absorvância molar para o CuSO₄ no comprimento de onda selecionado.

Procedimento (K₂Cr₂O₇):

- A partir de uma solução estoque de cromato de potássio (K₂CrO₄), de concentração 2,0·10⁻² mol L⁻¹, preparar soluções padrão, utilizando uma pipeta graduada, pipetando os volumes de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL e 6 mL, em balões volumétricos de 100 mL. Completar o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.
2. Com base no espectro obtido na aula anterior (gráfico de absorção em função do comprimento de onda), escolher dois comprimentos de onda, sendo um deles máximo, para efetuar as medidas de absorvância das soluções.
 3. Encher uma cubeta, cujo caminho óptico é de 1 cm, com solução padrão e outra com água destilada como branco. Ajustar a absorvância do branco para zero, e realizar a medida da absorvância das soluções nos comprimentos de onda selecionados.
 4. Calcular as concentrações das soluções que foram preparadas, e construir duas curvas de calibração utilizando o software Excel ou equivalente (uma para cada λ). Aplicar a

regressão linear e a partir da equação da reta determinar o coeficiente de absorvidade molar para o $K_2Cr_2O_7$ no comprimento de onda selecionado.

ATIVIDADE EXPERIMENTAL N° 3

PROPRIEDADES E ERROS EM SISTEMAS ESPECTROFOTOMÉTRICOS – PARTE 1

MATERIAIS:

Ácido clorídrico

Balão volumétrico de 100 mL

Cloreto de sódio

Oxalato de sódio

Pipeta graduada de 10 mL

06 Provetas graduadas de 100 mL

Peagâmetro

Solução de FeCl_3 $0,001 \text{ mol L}^{-1}$

Solução de NaOH 1 mol L^{-1}

Solução de NH_4SCN $0,5 \text{ mol L}^{-1}$

Solução saturada de NH_4SCN

Tartarato de sódio

Procedimento:

1. Determinação do comprimento de onda de absorção máxima:

Pipete 5 mL de solução estoque de FeCl_3 $0,001 \text{ mol L}^{-1}$ e 3 mL de uma solução saturada de tiocianato de amônio (NH_4SCN) em um balão volumétrico de 100 mL. Complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.

2. Efeito do tempo sobre a absorvância do complexo FeSCN^{2+} :

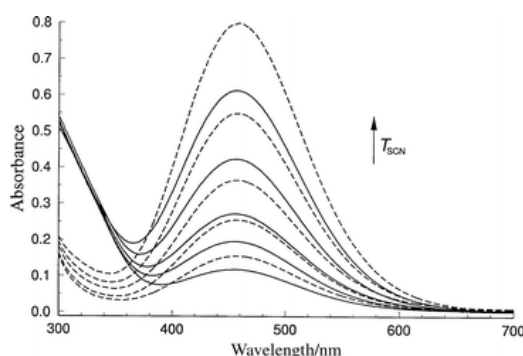
Faça a medida da absorvância em função do tempo para a solução preparada no item 1 com intervalos de aproximadamente 30 minutos, por um período de 90 minutos. Construa um gráfico da absorvância em função do tempo para todas as medidas realizadas.

3. Efeito do excesso de reagente sobre a absorvância do complexo FeSCN^{2+} :

Prepare soluções de FeCl_3 com diferentes quantidades de SCN^- . As soluções serão preparadas pipetando os volumes da solução estoque de Fe^{3+} ($0,001 \text{ mol L}^{-1}$) e da solução de NH_4SCN $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, relacionadas na tabela a seguir:

Volume (mL) FeCl_3 $0,001 \text{ mol L}^{-1}$	Volume (mL) NH_4SCN	$n_{\text{SCN}^-}/n_{\text{Fe}^{3+}}$
5,0	0,3	
5,0	0,8	
5,0	3,0	
5,0	10,0	
5,0	20,0	
5,0	30,0	

Adicione as quantidades em provetas graduadas de 100 mL. Complete até 100 mL com água destilada e homogeneíze a solução com um bastão de vidro. Você deverá preparar cada uma destas soluções e imediatamente fazer a leitura. Construa um gráfico da absorvância em função da razão $n_{\text{SCN}^-}/n_{\text{Fe}^{3+}}$.



Espectro do complexo FeSCN^{2+}

4. Efeito do pH sobre a absorvância do do complexo FeSCN^{2+} :

a) pH = 0:

A solução estoque de FeCl_3 $0,001 \text{ mol L}^{-1}$ contém HCl $0,5 \text{ mol L}^{-1}$.

Pipete 1 mL da solução estoque de Fe^{3+} em um balão volumétrico de 25 mL e adicione 0,5 mL da solução saturada de NH_4SCN . Adicione cerca de 15 mL de água destilada ao balão. Com cuidado adicione 2 mL de HCl concentrado. Em seguida, complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze a solução. A concentração final de H^+ será 1 mol L^{-1} .

b) pH = 1,0:

Pipete 4 mL de solução estoque de Fe^{3+} em um balão volumétrico de 100 mL, e adicione 2 mL de solução saturada de NH_4SCN . Adicione cerca de 50 mL de água destilada ao

balão. Com cuidado adicione 0,6 mL de HCl concentrado. Em seguida, complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze a solução. A concentração final de H^+ será $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.

c) pH = 2,0:

Pipete 4 mL de solução estoque de Fe^{3+} em um balão volumétrico de 100 mL, e adicione 2 mL de solução saturada de NH_4SCN . Em seguida adicione cerca de 50 mL de água destilada ao balão. Adicione 1 mL de solução 1 mol L^{-1} de NaOH. Em seguida, complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze a solução. A concentração final de H^+ será $0,01 \text{ mol L}^{-1}$.

d) pH = 3,0:

Pipete 4 mL de solução estoque de Fe^{3+} em um balão volumétrico de 100 mL, e adicione 2 mL de solução saturada de NH_4SCN . Em seguida adicione cerca de 50 mL de água destilada ao balão. Adicione 2 mL de solução 1 mol L^{-1} de NaOH. Em seguida, complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze a solução. A concentração final de H^+ será $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$.

e) pH = 4,0:

Pipete 4 mL de solução estoque de Fe^{3+} em um balão volumétrico de 100 mL, e adicione 2 mL de solução saturada de NH_4SCN . Em seguida adicione cerca de 50 mL de água destilada ao balão. Adicione 19,9 mL de solução 1 mol L^{-1} de NaOH. Em seguida, complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze a solução. Teste com papel indicador o pH da solução. A concentração final H^+ deverá ser $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$.

5. Efeito de ânions sobre a absorvância do complexo $FeSCN^{2+}$:

a) NaCl

Transfira 15 mL da solução de pH = 1,0, **do item 4b**, para um béquer e acrescente 0,5 g de NaCl. Agite até a solubilização, realizando em seguida a medida da absorvância.

b) Oxalato de sódio

Transfira 15 mL da solução de pH = 1,0, **do item 4b**, para um béquer e acrescente 0,5 g de oxalato de sódio. Agite até a solubilização, realizando em seguida a medida da absorvância.

c) Tartarato de sódio

Transfira 15 mL da solução de pH = 1,0, **do item 4b**, para um béquer e acrescente 0,1 g de tartarato de sódio. Agite até a solubilização, realizando em seguida a medida da absorvância.

ATIVIDADE EXPERIMENTAL Nº 4

PROPRIEDADES E ERROS EM SISTEMAS ESPECTROFOTOMÉTRICOS – PARTE 2

DETERMINAÇÃO DE FERRO EM ÁGUA DE TORNEIRA

MATERIAIS:

FeCl₃ 0,01 mol L⁻¹ (250 mL)

FeCl₃ 0,001 mol L⁻¹ (250 mL)

Persulfato de potássio (K₂S₂O₈) 2% (m/v) – (250 mL)

Tiocianato de potássio 1,5 mol L⁻¹ – (500 mL)

02 béqueres de 2 L – Descarte

05 balões volumétricos – 25, 50 ou 100 mL

01 balão volumétrico – 100 mL

Pipeta graduadas 5 mL

Pipetas volumétricas

02 béqueres 100 mL

1. Linearidade da lei de Beer-Lambert:

Prepare soluções padrão de Fe³⁺ nas concentrações de:

a) 2,0.10⁻⁴, 4,0.10⁻⁴, 6,0.10⁻⁴, 8,0.10⁻⁴, 10,0.10⁻⁴ mol L⁻¹

b) 2,0.10⁻⁵, 4,0.10⁻⁵, 6,0.10⁻⁵, 8,0.10⁻⁵, 10,0.10⁻⁵ mol L⁻¹

a partir da diluição de uma solução padrão de 1,0.10⁻² mol L⁻¹ para a) e 1,0.10⁻³ mol L⁻¹ para b). Faça a medida da absorvância para estas soluções ($\lambda = 475$ nm) e construa um gráfico da absorvância em função da concentração (em mg/L - ppm).

Adicione os seguintes volumes de solução de ácido sulfúrico 1 mol L⁻¹:

balão 25 mL – 0,25 mL

balão 50 mL – 0,5 mL

balão 100 mL – 1,0 mL

balão 250 mL – 2,5 mL

Adicione os seguintes volumes de solução de persulfato de potássio 2% (m/v):

balão 25 mL – 0,5 mL

balão 50 mL – 1,0 mL

balão 100 mL – 2,0 mL

balão 250 mL – 2,0 mL

Adicione os seguintes volumes de solução tiocianato de amônio 1,5 mol L⁻¹:

balão 25 mL – 5 mL

balão 50 mL – 10 mL

balão 100 mL – 20 mL

balão 250 mL – 50 mL

2. Sensibilidade do método envolvendo o complexo FeSCN²⁺:

A partir do coeficiente angular das curvas do item 1) determine a sensibilidade do método. Prepare um branco por meio da adição dos volumes de ácido sulfúrico 1 mol L⁻¹, perssulfato de potássio 2% (m/v) e tiocianato de amônio 1,5 mol L⁻¹, descritos no item 1). Complete o volume do balão com água destilada. Faça a leitura da absorvância do branco, por pelo menos seis vezes. Utilize também o erro padrão para a estimativa da absorvância determinado a partir dos dados da regressão da curva de calibração.

Calcule o desvio padrão do branco e determine os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ).

Determinação de ferro em água de torneira

1. Em um balão de 100 mL adicione:

70 mL de água da torneira

2 mL de solução de perssulfato de potássio

20 mL de solução de tiocianato de amônio

1 mL de solução de ácido sulfúrico 1 mol L⁻¹.

complete com água destilada até perfazer 100 mL.

2. Faça a leitura da absorvância desta solução ($\lambda = 475$ nm), e determine a concentração de ferro na água por meio das curvas de calibração do item 1).

Apoio para as diluições:

		vol final	vol final	vol final	vol final
conc inic	1,00E-02	25	50	100	250
		vol adic	vol adic	vol adic	vol adic
s1	2,00E-04	0,5	1,0	2,0	5,0
s2	4,00E-04	1,0	2,0	4,0	10,0
s3	6,00E-04	1,5	3,0	6,0	15,0
s4	8,00E-04	2,0	4,0	8,0	20,0
s5	1,00E-03	2,5	5,0	10,0	25,0

		vol final	vol final	vol final	vol final
conc inic	1,00E-03	25	50	100	250
		vol adic	vol adic	vol adic	vol adic
s1	2,00E-05	0,5	1,0	2,0	5,0
s2	4,00E-05	1,0	2,0	4,0	10,0
s3	6,00E-05	1,5	3,0	6,0	15,0
s4	8,00E-05	2,0	4,0	8,0	20,0
s5	1,00E-04	2,5	5,0	10,0	25,0