

QUI-129 – LABORATÓRIO DE ANÁLISE INSTRUMENTAL

2 / 2019

ROTEIRO DE LABORATÓRIO

Espectrofotometria

Preparo do aparelho

- a) Ligar o espectrofotômetro na tomada (VERIFICAR A VOLTAGEM CORRETA);
- b) Esperar 15 minutos para estabilizar a lâmpada;
- c) Escolher o modo absorvância;
- d) Colocar a cubeta contendo água destilada no compartimento de leitura e clicar AUTOZERO;
- e) Colocar a cubeta contendo o complexo no equipamento e realizar a leitura de absorvância.

➤ *PRÁTICA 3: Análise espectrofotométrica de mistura*

Espectro de absorção

- a) Preparar 10,00 mL de uma solução $5,0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ de KMnO_4 a partir da solução estoque;
- b) Preparar 10,00 mL de uma solução $1,5 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em H_2SO_4 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$, a partir da solução estoque;
- c) Preparar 10,00 mL de uma solução mistura $5,0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ de KMnO_4 e $1,5 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em H_2SO_4 ;
- d) Obter o espectro de absorção das três soluções preparadas anteriormente variando o comprimento de onda de 420 a 600 nm.

Comprimento de onda / nm	Absorvância KMnO_4	Absorvância $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Absorvância da mistura
420			
440			
460			
480			
500			
520			
540			
560			
580			
600			

Análise da amostra

- e) Preparar 5 balões volumétricos de 10,00 mL com padrões de KMnO_4 variando de $1,0$ a $6,0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$;
- f) Preparar 5 balões volumétricos de 10,00 mL com padrões de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em H_2SO_4 variando de $3,0 \times 10^{-4}$ a $2,5 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$.
- g) Leia os valores de absorvância para os padrões preparados anteriormente, usando os comprimentos de onda de máxima absorção determinados no item "d";
- h) Em triplicata, adicione 2,00 mL da amostra em um balão volumétrico de 10,00 mL. Complete o balão com água destilada. Faça as medidas de absorvância usando os comprimentos de onda de máxima absorção do KMnO_4 e do $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Balão	$C_{\text{KMnO}_4} / \text{mol L}^{-1}$	Absorvância $\text{KMnO}_4 (\lambda_1)$	Absorvância $\text{KMnO}_4 (\lambda_2)$
1			
2			
3 (preparado em "a")			
4			
5			

Balão	$C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} / \text{mol L}^{-1}$	Absorvância $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\lambda_1)$	Absorvância $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\lambda_2)$
1			
2			
3 (preparado em "b")			
4			
5			

Amostra	Absorvância λ_1	Absorvância λ_2	$C_{\text{KMnO}_4} / \text{mol L}^{-1}$	$C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} / \text{mol L}^{-1}$
Replicata 1				
Replicata 2				
Replicata 3				

Questões:

- 1) (Itens "e" e "f") Construa os espectros de absorção para o KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Determine o comprimento de onda de máxima absorção para cada um dos analitos.
- 2) (Item "g") Construa as curvas analíticas para o KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Determine as absorvidades molares dos dois analitos em ambos os comprimentos de onda.
- 3) (Itens "h") Usando o princípio da aditividade da Lei de Beer determine a concentração de Cr e Mn na amostra analisada e expresse o resultado com 95% de confiança.