

Aula 13

PRÁTICA 03 – ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR NO UV–VIS: LEI DE BEER

META

Habilitar o aluno na utilização da espectrofotometria em determinações quantitativas; redigir o relatório prático.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
utilizar a espectrofotometria de absorção no UV–VIS para determinações quantitativas;
interpretar os resultados obtidos em análises empregando o espectrofotômetro;
preparar o relatório da prática, segundo as instruções da aula Prática 01.

PRÉ-REQUISITOS

Conhecer o conteúdo abordado nas Aulas 02 e 12;
estar no laboratório de química instrumental;
estar vestindo todos os EPIs (Equipamento de Proteção Individual) necessários.

Elisangela de Andrade Passos

INTRODUÇÃO

Na última aula foram abordados os conceitos básicos e introdutórios referentes a atividades envolvendo a espectrofotometria.

Ao longo desta aula aplicaremos os conceitos da Aula 12: Prática 02, na determinação da concentração de uma solução de permanganato de potássio e as influências que a Lei de Beer pode sofrer e quais suas consequências.

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Como discutido na Aula 02 e realizado na Aula 12: Prática 02, a espectrofotometria pode ser aplicada na quantificação de um analito em solução, determinando sua concentração. Para isto pode-se partir da construção de uma curva de calibração, utilizando-se um padrão primário do analito, ou através da Lei de Beer ($A = \epsilon b C$), desde que se conheça o caminho óptico e a absorvidade molar da espécie, num determinado comprimento de onda. O permanganato de potássio é um sal, oxidante forte, e em solução aquosa apresenta uma coloração intermediária entre roxo a violeta. Seu $\lambda_{\text{máx}}$ = 525 nm e sua $\epsilon = 2,24 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ para este comprimento de onda.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE UMA SOLUÇÃO DE KMNO_4 :

Proceda com as verificações e procedimentos operacionais conforme trabalhados na Aula 12: Prática 02.

Para iniciarmos a análise para determinação da concentração de uma solução de permanganato de potássio, siga os itens abaixo:

- Regule o espectrofotômetro para leituras da absorbância conforme o $\lambda_{\text{máx}}$ para o KMnO_4 ;
- Certifique-se qual o caminho óptico da cubeta;
- Utilize água destilada como branco e efetue a zeragem do espectrômetro conforme discutido na aula anterior;
- Em um balão volumétrico de 50 mL, acrescente ~ 25 mL de água destilada, junte 1 mL de uma solução de permanganato de potássio de concentração desconhecida e afira com água destilada até o menisco dando origem a solução 1;
- Transfira a solução para a cubeta, e efetue a leitura da absorbância no comprimento de onda específico; Se a absorbância exceder 2,000, dilua novamente a solução 1, transferindo 1 mL da solução para um balão de 50 mL e aferindo novamente com água destilada, originando a solução 2;

f) A partir da absorbância, caminho óptico e absortividade molar, determine a concentração da solução inicial.

AVALIAÇÃO DOS DESVIOS DA LEI DE BEER

- A partir da solução diluída de permanganato de potássio prepare 5 soluções de diferentes concentrações. Com o auxílio de uma bureta, transfira 12,5 mL da solução 1 para um balão volumétrico de 25 mL e afira com água destilada; repita este procedimento para os volumes 6,0; 3,0 e 1,5 mL. Calcule a concentração das soluções resultantes com base na concentração da solução determinada anteriormente.
- Efetue a leitura da absorbância de todas as soluções;
- Construa um gráfico (curva de calibração) entre a Absorbância x Concentração Molar;
- Através da regressão linear determine a equação da reta e avalie a linearidade através do coeficiente de correlação (r);
- Repita os passos de a a d, acrescentando 5 mL de solução 10 % de NaCl junto as alíquotas da solução 1, antes da aferição;
- Discuta a influência da presença de um eletrólito forte na solução.

CONCLUSÃO

Nesta aula foi trabalhada a aplicação da espectrofotometria na determinação da concentração de um analito em solução aplicando-se a Lei de Beer.

Também foi avaliado o desvio que a Lei de Beer pode sofrer pela presença de um eletrólito forte na solução de análise.



RESUMO

A concentração de um analito em solução pode ser determinada através da Lei de Beer. Para isto é necessário conhecer o caminho óptico e a absortividade molar do analito em um determinado comprimento de onda ($\lambda_{\text{máx}}$). Conhecendo-se o analito e a concentração de diversas soluções padrões, pode-se construir uma curva de calibração através de um gráfico entre a Absorbância x Concentração Molar, a qual poderá ser usada também na determinação da concentração do analito em uma solução problema.



ATIVIDADES

0,570 g de uma amostra de aço foi dissolvida em ácido. O manganês presente foi oxidado para permanganato, MnO_4^- ($\text{MM} = 118,936 \text{ g mol}^{-1}$), usando persulfato de potássio e a solução toda aferida para 100 mL. Uma quantidade da solução foi colocada em uma cubeta com 1 cm de caminho óptico e a transmitância (%T) foi de 30 % a 525 nm. Conhecendo a absortividade molar do permanganato neste comprimento de onda ($2,24 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$), determine o percentual em massa do manganês (Mn, $\text{MM} = 54,938 \text{ g mol}^{-1}$) na amostra de aço.

COMENTARIO SOBRE AS ATIVIDADES

Como conhecemos a relação entre T e A, podemos determinar a absorbância assim:

Sendo:

$$\%T = T \times 100$$

$$30 = T \times 100$$

$$T = 0,300$$

Então:

$$A = -\log T$$

$$A = -\log 0,300 = 0,523$$

Como temos a absorbância, o caminho óptico e a absortividade molar, é possível calcular a concentração molar C da solução resultante através da Lei de Beer:

$$A = \epsilon b C$$

$$0,523 = (2,24 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}) (1 \text{ cm}) C$$

$$C = 2,33 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$$

A concentração molar encontrada nos indica quantos moles de MnO_4^- foram formados pela reação do Mn^{2+} com persulfato de potássio. Se $C = 2,33 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$, então em 100 mL de solução que foram preparadas temos $2,33 \times 10^{-5}$ moles de MnO_4^- , que são proporcionais ao mesmo número de moles de Mn^{2+} presentes na amostra.

Logo através da massa molar (MM) do Mn podemos encontrar a massa de manganês na amostra:

$$54,938 \text{ g} \quad \Rightarrow \quad 1 \text{ mol}$$

$$X \text{ g} \quad \Rightarrow \quad 2,33 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$X = 0,0013 \text{ g de Mn}$$

Como temos a massa da amostra inicial, é possível determinar a relação percentual massa/massa:

$$0,570 \text{ g} \Rightarrow 100\%$$

$$0,0013 \text{ g} \Rightarrow Y\%$$

$Y = 0,23\%$ (m/m) de Mn na amostra



AUTO-AVALIAÇÃO

- Sou capaz de utilizar a espectrofotometria de absorção no UV–VIS para determinações quantitativas?
- Consigo interpretar os resultados obtidos em análises empregando o espectrofotômetro?
- Sinto-me capaz de preparar o relatório da prática, segundo as instruções da aula Prática 01?



PRÓXIMA AULA

Na próxima aula, Aula Prática 04, serão trabalhados os conceitos e técnicas de potenciometria.

REFERÊNCIAS

- HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7 ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. Americana. Ed. Thomson; São Paulo, 2007.