



INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO  
GRANDE DO NORTE

WESLEY DA SILVA FELIX

CURVA DE CALIBRAÇÃO POR PADRÕES EXTERNOS PARA O COBRE (II) POR  
ESPECTROFOTOMETRIA NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA – VISÍVEL

MACAU

2019

WESLEY DA SILVA FELIX

CURVA DE CALIBRAÇÃO POR PADRÕES EXTERNOS PARA O COBRE (II) POR  
ESPECTROFOTOMETRIA NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA – VISÍVEL

Relatório técnico apresentado ao Curso Técnico em Química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, em cumprimento às exigências legais como requisito parcial à obtenção do título de Técnico em Química.

Orientador: Dr. Érico de Moura Neta

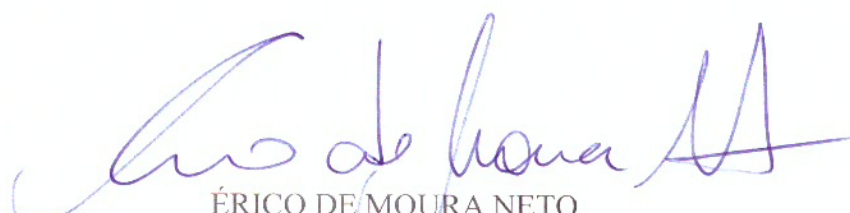
MACAU

2019

**WESLEY DA SILVA FELIX**

Relatório Técnico intitulado “CURVA DE CALIBRAÇÃO POR PADRÕES EXTERNOS PARA O COBRE (II) POR ESPECTROFOTOMETRIA NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA – VISÍVEL” e submetido à Coordenação do Curso como requisito parcial à obtenção do título de Técnico em Química, do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte – *Campus* Macau.

Aprovado em 04 de julho de 2019.



ÉRICO DE MOURA NETO  
Professor Orientador  
Matrícula SIAPE 1779730

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à Deus por toda por todas as batalhas que me fazem ficar mais forte, assim como as vitórias, agradeço toda a saúde e a disposição para ir até o fim.

Aos meus pais, Cledemilson da Silva Felix e Katia Batista da Silva, que sempre acreditaram em mim, por todo incentivo, e disponibilidade para tudo que precisei para chegar até aqui.

Ao meu orientado Érico de Moura Neto, por toda ajuda e cuidado e dedicação em me ajudar a terminar meu relatório de conclusão de curso.

À todos os professores que contribuíram para minha formação, pois não seria possível sem eles.

À todos os colegas que sempre foram presente comigo desde inicio dessa jornada.

À todos que contribuíram de forma direta ou indireta para construção desse trabalho.

## RESUMO

Nitrato de cobre (II) trihidratado é um sal de cobre, que em água dissocia-se completamente, portanto forma os íons de cobre (II) e nitrato em solução, produzindo uma coloração azulada. Pela utilização do método da adição de padrões externos é possível calcular a concentração da espécie na amostra, a partir da técnica da espectrofotometria na região do ultravioleta-visível, cujo cada absorbância é medida de acordo com a concentração da espécie. Ao fazer a leitura de absorbância na região de 190 a 1100 nm, determinou-se que a maior absorbância, correspondeu ao pico de 805 nm na região do ultravioleta-visível. A partir da determinação desse comprimento de onda, é possível medir as absorbâncias para cada padrão externo e, assim, determinar a curva de calibração para quantificação de íons cobre (II) em solução aquosa. O coeficiente de determinação, o limite de linearidade, o limite de quantificação e o limite de detecção foram calculados para comprovar a viabilidade da curva de calibração obtida.

Palavras-chave: Curva de calibração. Nitrato de Cobre (II). Espectrofotometria no UV-VIS.

## LISTA DE FIGURAS

Fotografia 1 – Espectrofotômetro UV-VIS Spectro Vision.....	9
Fotografia 2 – Imagem da solução mãe e dos padrões preparados.....	11
Fotografia 3 – Espectro de absorção para a solução aquosa de $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ obtido de 190 a 1100 nm.....	14
Gráfico 1 – Absorbância versus para diferentes concentrações de $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ em 805 nm, em que cada série representa uma das triplicatas.....	15
Gráfico 2 – Valores de concentração (X) e absorbância (Y) e seus respectivos valores ao quadrado e o produto entre eles.....	19

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores de absorbância para diferentes concentrações de $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ em 805 nm.....	14
Tabela 2 – Valores de concentração (X) e absorbância (Y) e seus respectivos valores ao quadrado e o produto entre eles.....	16

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	8
<b>2 METODOLOGIA</b> .....	10
2.1 PREPARAÇÕES DA SOLUÇÃO MÃE.....	10
2.2 PREPARAÇÕES DOS PADRÕES .....	10
2.3 MEDIÇÕES POR MEIO DE PADRÕES EXTERNOS.....	11
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	12
3.1 CÁLCULO DA CONCENTRAÇÃO DAS SOLUÇÕES .....	12
3.2 MEDIDAS DA ABSORBÂNCIA DAS SOLUÇÕES.....	13
3.3 CURVA DE CALIBRAÇÃO.....	15
<b>4 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>20</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>21</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O ramo da química analítica ou analítica instrumental tem uma grande gama de variedades entre elas está a espectrofotometria na região do ultravioleta-visível (UV-VIS), esse método consiste na relação entre a radiação eletromagnética e a matéria (CANASSA; LAMONATO; RIBEIRO 2018). As análises quantitativas em espectrometria no UV-VIS baseiam-se na lei de Beer-Lambert em que a quantidade de luz absorvida depende da concentração do soluto em solução (MENDES, 2009).

O espectrofotômetro é um equipamento que tem a finalidade de passar um feixe de luz monocromática entre uma solução e medir a quantidade de luz que foi absorvida por sua solução. Utilizando um prisma o equipamento pode separar os feixes de luz com diferentes comprimentos de onda para medir seus picos, portanto, o espectrofotômetro possibilita saber a quantidade de luz que é absorvida em cada comprimento de onda sendo relacionada a concentração da substância (MENDES, 2009).

Determinado os valores de absorbância, faz-se a relação com as respectivas concentrações do analito, com esses valores encontrados é possível aplicá-los em diversas áreas, e uma delas é na construção da curva de calibração.

A calibração é realizada pela obtenção do sinal de resposta (absorbância) como uma função da concentração conhecida do analito, uma curva de calibração (ou curva analítica) é preparada construindo-se um gráfico a partir dos dados ou ajustando-os a uma equação matemática adequada, como a empregada no método dos quadrados mínimos (HOLLER, SKOOG e CROUCH, 2009).

Esse trabalho foi realizado com o composto de Nitrato de Cobre II trihidratado, ( $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ ), que em água dissocia-se completamente, portanto forma os íons de cobre (II) e nitrato em solução, produzindo uma coloração azulada. O sal de cobre tem uma utilização muito importante no mercado, um deles é na indústria de cerâmicas como aditivo, mas, também, é utilizado na indústria têxtil como mordente, ou nos laboratório como um ótimo catalisador de reações



orgânicas. Porém, o seu descarte de forma inadequada, pode causar riscos para os seres humanos e diversos ecossistemas, principalmente os marinhos. Nos seres humanos, a ingestão de nitrato de cobre pode causar irritação no trato gastrointestinal, alterações na oxigenação do sangue, devido à redução do nitrato a nitrito e o cobre pode se acumular no organismo, além de ser um ótimo agente oxidante (THPANORAMA, 2018).

Para se obter os valores de absorvância dos padrões externos preparados com  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ , foi utilizado um espectrômetro da classe Tag 127472, marca Spectro Vision (Fotografia 1).

Fotografia 1 – Espectrofotômetro UV-VIS Spectro Vision.



Fonte: Autoria própria (2019).

## 2 METODOLOGIA

Baseada na lei de Beer-Lambert, que afirma que a absorvância da solução depende da concentração das moléculas absorventes e da extensão do caminho sobre o qual ocorre a absorção. Para obtenção dos padrões externos, foi feita uma solução mãe (Matriz) de nitrato de cobre (II) trihidratado, da marca Dinâmica Ltda, lote: 55188, massa molar 241,60 g/mol.

### 2.1 PREPARAÇÕES DA SOLUÇÃO MÃE

Foi medida uma massa de 2,2114 g do nitrato de cobre (II) trihidratado e essa massa foi dissolvida com água destilada em um béquer. Após, foi transferida quantitativamente para um balão volumétrico de 100,00 mL e o volume completado com água destilada.

### 2.2 PREPARAÇÕES DOS PADRÕES

A partir da solução mãe, foram feitos padrões para medir a absorvância de cada um deles, foram feitos 7 padrões (Fotografia 2). Para obter cada padrão, foi pipetado uma alíquota da solução mãe, transferiu-se essa alíquota para um balão volumétrico de 25,00 mL e realizado a diluição com água destilada. As alíquotas pipetadas foram de 1,00 mL; 2,00 mL; 3,00 mL; 5,00 mL; 10,00 mL; 15,00 mL e 20,00 mL, respectivamente e realizado em triplicata.

Fotografia 2 – Imagem da solução mãe e dos padrões preparados.



Fonte: Autoria própria (2019).

### 2.3 MEDIÇÕES POR MEIO DE PADRÕES EXTERNOS

Primeiramente, utilizou-se uma das soluções obtidas para fazer a varredura no espectro e determinar o comprimento de onda onde ocorre a maior absorbância para a solução. Após a determinação do comprimento de onda e os padrões estarem pronto, foram realizadas as medidas de absorbância para cada padrão, na ordem do mais diluído para o mais concentrado. Essa medida foi realizada através do espectrofotômetro da classe Tag 127472, marca Spectro Vision.

O espectro forneceu os seus respectivos valores de absorbância para serem utilizados na realização dos cálculos para determinação da curva de calibração, as medidas foram realizadas em triplicata. A partir da curva de calibração, foi possível calcular o seu coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o limite de detecção ( $C_m$ ), o limite de linearidade (LDL) e o limite de quantificação (LQ), que são os parâmetros para a validação do método analítico utilizado.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 CÁLCULO DA CONCENTRAÇÃO DAS SOLUÇÕES

Para as soluções preparadas, solução mãe e padrões externos, foi calculado a sua concentração em mol/L, utilizando a equação 1.

$$C = \frac{m}{MM \cdot V} \quad (1)$$

Em que C é a concentração em mol/L, m é a massa medida, MM é a massa molar e V o volume. A solução mãe preparada teve uma concentração de 0,091531 mol/L, conforme cálculo abaixo.

$$C = \frac{2,2114 \text{ g}}{421,6 \text{ g/mol} \cdot 0,1000 \text{ L}} \quad (2)$$

$$C = 0,091531456 \text{ mol/L} \quad (3)$$

Para determinar a concentração dos padrões utilizou-se a equação de diluição, mostrada pela equação 4. A concentração dos padrões preparados é mostrada pelas equações 5 a 17.

$$C_f \cdot V_f = C_i \cdot V_i \quad (4)$$

Em que, C<sub>f</sub> é a concentração do padrão, V<sub>f</sub> é o volume final (25,00 mL), C<sub>i</sub> é a concentração da solução mãe e V<sub>i</sub> é o volume pipetado da solução mãe.

#### - Alíquota de 1,00 mL da solução mãe

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,00100 \text{ L} \quad (5)$$

$$C_f = 0,003661258 \text{ mol/L} \quad (6)$$

#### - Alíquota de 2,00 mL da solução mãe

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,00200 \text{ L} \quad (6)$$

$$C_f = 0,007322517 \text{ mol/L} \quad (7)$$

**- Alíquota de 3,00 mL da solução mãe**

$$0,025 L \cdot Cf = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,00300 L \quad (8)$$

$$Cf = 0,010983775 \text{ mol/L} \quad (9)$$

**- Alíquota de 5,00 mL da solução mãe**

$$0,025 L \cdot Cf = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,00500 L \quad (10)$$

$$Cf = 0,018306291 \text{ mol/L} \quad (11)$$

**- Alíquota de 10,00 mL da solução mãe**

$$0,025 L \cdot Cf = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,01000 L \quad (12)$$

$$Cf = 0,036612583 \text{ mol/L} \quad (13)$$

**- Alíquota de 15,00 mL da solução mãe**

$$0,025 L \cdot Cf = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,01500 L \quad (14)$$

$$Cf = 0,054918874 \text{ mol/L} \quad (15)$$

**- Alíquota de 20,00 mL da solução mãe**

$$0,025 L \cdot Cf = 0,091531457 \text{ mol/L} \cdot 0,02000 L \quad (16)$$

$$Cf = 0,054918874 \text{ mol/L} \quad (17)$$

**3.2 MEDIDAS DA ABSORBÂNCIA DAS SOLUÇÕES**

Antes da medida de absorvância para os padrões, determinou-se o comprimento de onda onde ocorre o máximo de absorvância para a solução de nitrato de cobre (II) trihidratado e conforme mostrado na fotografia 3, observa-se que o máximo ocorreu em 805 nm, então esse será o comprimento de onda para a obtenção das absorvâncias dos padrões e conseqüente para a construção da curva de calibração.

Fotografia 3 – Espectro de absorção para a solução aquosa de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  obtido de 190 a 1100 nm.



Fonte: A autoria própria (2019).

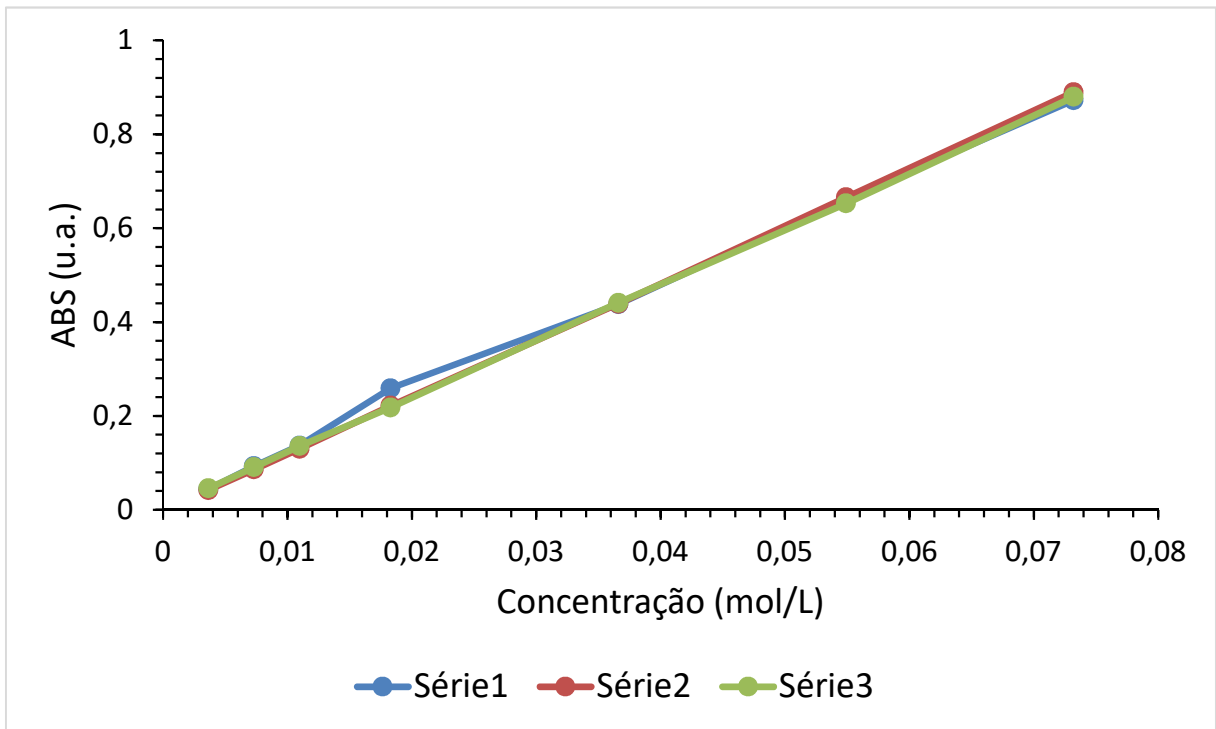
A tabela 1 apresenta os valores médios e o desvio padrão de absorbância para cada padrão externo e o gráfico 1 apresenta a curva de absorbância versus concentração para.

Tabela 1 – Valores de absorbância para diferentes concentrações de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  em 805 nm.

Concentração (mol/L)	ABS	Desvio
0,003661258	0,044	0,002
0,007322517	0,090	0,004
0,010983775	0,134	0,004
0,018306291	0,23	0,02
0,036612583	0,439	0,002
0,054918874	0,660	0,007
0,073225166	0,881	0,009

Fonte: A autoria própria (2019).

Gráfico 1 – Absorbância versus para diferentes concentrações de  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$  em 805 nm, em que cada série representa uma das triplicatas.



Fonte: Autoria própria.

### 3.3 CURVA DE CALIBRAÇÃO

Para a construção da curva de calibração foi utilizado o método dos quadrado mínimos e os valores estão organizados na tabela 2. Em que,  $X^2$  é o quadrados dos valores de X (concentração),  $Y^2$  é o quadrados dos valores de Y (absorbância) e  $X \cdot Y$  é o produto de cada valor de X pelo respectivo valor de Y.

Tabela 2 – Valores de concentração (X) e absorvância (Y) e seus respectivos valores ao quadrado e o produto entre eles.

Concentração (X)	Absorvância (Y)	X <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>	X·Y
0,003661258	0,044	0,000013404	0,001936	0,000161095
0,007322517	0,090	0,000053619	0,0081	0,000659026
0,010983775	0,134	0,000120643	0,018045444	0,001475487
0,018306291	0,23	0,000326268	0,054289	0,004265366
0,036612583	0,439	0,001340481	0,193013777	0,016085128
0,054918874	0,660	0,003016082	0,43604011	0,036264763
0,073225166	0,881	0,005361924	0,776161	0,064511371
$\Sigma$ 0,205030464	2,482	0,010241277	1,487585333	0,123422237

Fonte: Aatoria própria (2019).

A partir dos dados da tabela 2 determinou-se os valores de  $S_{yy}$  (equação 21), que é a soma dos quadrados dos desvio de Y, de  $S_{xx}$  (equação 25), que é a soma dos quadrados dos desvio de X em relação à média e de  $S_{xy}$  (equação 29), que é a soma do produto dos desvio de x e y em relação à média.

$$S_{yy} = \Sigma y^2 - \frac{(\Sigma y)^2}{N} \quad (18)$$

$$y = 1,487585333 - \frac{(2,482)^2}{7} \quad (19)$$

$$S_{yy} = 1,487585333 - 0,880046285 \quad (20)$$

$$S_{yy} = 0,607539048 \quad (21)$$

$$S_{xx} = \Sigma x^2 - \frac{(\Sigma x)^2}{N} \quad (22)$$

$$S_{xx} = 0,010241277 - \frac{(0,205030464)^2}{7} \quad (23)$$

$$S_{xx} = 0,010232421277 - 0,006005355 \quad (24)$$

$$S_{xx} = 0,004235921 \quad (25)$$

$$S_{xy} = \Sigma x \cdot y - \frac{\Sigma x \cdot \Sigma y}{N} \quad (26)$$

$$S_{xy} = 0,123422237 - \frac{0,205030464 \cdot 2,482}{7} \quad (27)$$



$$S_{xy} = 0,123422237 - 0,072697944 \quad (28)$$

$$S_{xy} = 0,050742793 \quad (29)$$

Definidos os valores de  $S_{yy}$ ,  $S_{xx}$  e  $S_{xy}$  calculou-se a inclinação ( $m$ ) e o intercepto ( $b$ ) da reta, equações 32 e 36, respectivamente. E assim, obteve-se a curva de calibração (equação 38) para a solução aquosa de  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$  em 805 nm.

$$m = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} \quad (30)$$

$$m = \frac{0,050742793}{0,004235921} \quad (31)$$

$$m = 11,975 \quad (32)$$

$$b = \frac{\sum y}{N} - m \cdot \frac{\sum x}{N} \quad (33)$$

$$b = \frac{2,482}{7} - 11,975 \cdot \frac{0,205030464}{7} \quad (34)$$

$$b = 0,354571428 - 0,0029290066 \quad (35)$$

$$b = 0,0038 \quad (36)$$

$$y = m \cdot x + b \quad (37)$$

$$y = 11,975 \cdot x + 0,0038 \quad (38)$$

Para comprovar a viabilidade da curva de calibração obtida, foram calculados o coeficiente de determinação, o limite de linearidade, o limite de quantificação e o limite de detecção foram calculados para comprovar a viabilidade da curva de calibração obtida.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) é usado em modelo estatístico linear e é uma medida de ajustamento de um modelo estatístico linear generalizado em relação aos valores observados e pode ser calculado pela equação 39.

$$R^2 = \frac{m \cdot S_{xy}}{S_{yy}} \quad (39)$$

$$R^2 = \frac{11,974 \cdot 0,050742793}{0,067539048} \quad (40)$$

$$R^2 = 0,9998 \quad (41)$$

Esse valor comprova que para a curva de calibração poderá ser utilizada, mas para validá-la como método quantitativo de análise, além do coeficiente de determinação, necessita-se dos valores do limite de linearidade, do limite de detecção e do limite de quantificação, para tal utilizou-se as equações 42, 47 e 50, respectivamente.

Para a lei de Beer-Lambert, o limite da linearidade ocorre para a absorbância igual a 1,00, então, aplicando esse valor na equação 42, obtém-se a concentração máxima da solução de  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ , em 805 nm, que limita a linearidade da curva de calibração.

$$y = 11,974 \cdot x + 0,0038 \quad (42)$$

$$1,00 - 0,0038 = 11,975 \cdot x \quad (43)$$

$$0,9962 = 11,975 \cdot x \quad (44)$$

$$x = \frac{0,9962}{11,975} \quad (45)$$

$$x = 0,08319 \text{ mol/L} \quad (46)$$

O limite de quantificação é estabelecido como sendo um valor 5% acima do limite de detecção ( $C_m$ ), que é calculado pela equação 47. O  $C_m$  é igual a concentração, ou massa mínima, do analito que pode ser detectada em um dado nível de confiança. Esse limite depende da razão da magnitude do sinal analítico em relação à grandeza da flutuação estatística do sinal do branco. Como, o sinal do branco ( $S_b$ ) é igual a zero e  $s_m$  é o menor sinal obtido de absorbância, a  $C_m$  será:

$$C_m = \frac{s_m - S_b}{m} \quad (47)$$

$$C_m = \frac{0,044 - 0}{11,975} \quad (48)$$

$$C_m = 0,003674321 \text{ mol/L} \quad (49)$$

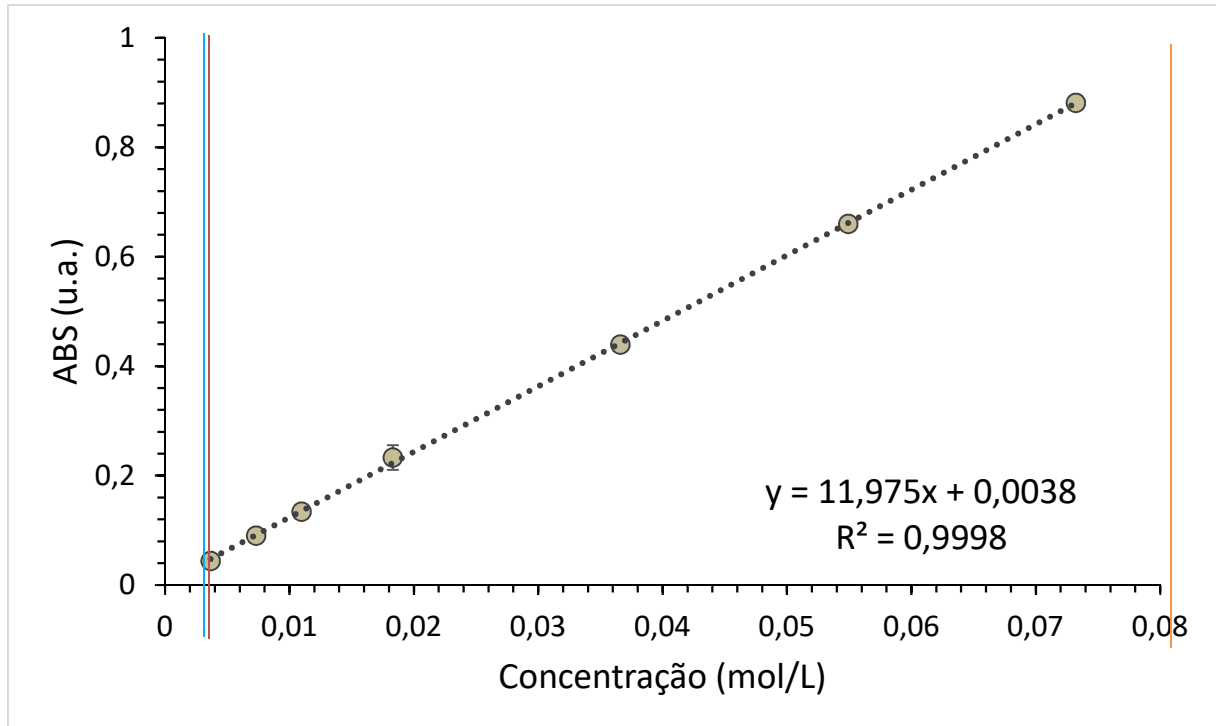
$$LDQ = C_m + 5\%C_m \quad (50)$$

$$LDQ = 0,003674321 + 0,003674321 \cdot 0,05 \quad (51)$$

$$LDQ = 0,003858 \text{ mol/L} \quad (52)$$

A curva de calibração obtida para o nitrato de cobre (II) trihidratado foi bem satisfatória, com bom coeficiente de determinação e uma ótima linearidade, como mostrado no gráfico 2.

Gráfico 2 – Curva de calibração para o  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$  em 805 nm.



Legenda: (-) Cm, (-) LDQ e (-) LDQ. Fonte: Autoria própria (2019).

#### **4 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

O desenvolvimento do estudo viabilizou a construção da curva de calibração por padrões externos para o Nitrato de Cobre (II) trihidratado. Sendo todos os seus dados foram feitos em triplicatas, foram analisados por espectrofotometria no ultravioleta-visível no comprimento de onda de 805 nm.

O método aplicado dos mínimos quadrados trouxe resultados satisfatórios, mostrando a linearidade da reta para o gráfico de absorvância em função da concentração, que foi confirmado pelo coeficiente de determinação.

Podendo assim concluir, que foi possível construir a curva de calibração para o Nitrato de Cobre (II) trihidratado para o comprimento de onda de 805 nm.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CANASSA, Thalita A.; LAMONATO, Anna L.; RIBEIRO, Allan V.. **Utilização da lei de Lambert-Beer para determinação da concentração de soluções:** Curva de calibração do sulfato de cobre (II). 01/02/2018. Disponível em: <file:///C:/Users/Admin/Downloads/5930-19305-1-PB%20(1).pdf>. Acesso em: 15 jun. 2019

CONTI, Fátima. **Biometria:** regressão e correlação. 04/11/2009. Disponível em: <http://www.cultura.ufpa.br/dicas/biome/biopdf/bioreg.pdf>. Acesso em: 27 jun. 2019.

HOLLER, F. James; SKOOG, Douglas A. ; CROUCH, Stanley R. Princípios de análise instrumental. 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2009. 1055 p. il.

MENDES, Marcus Fabiano de Almeida. **Espectofotometria:** Desvios da lei de Lambert-Beer. 20/11/2009. Disponível em: <http://www.ufrgs.br/leo/site\_espec/bibliografia.html>. Acesso em: 27 jun. 2019.

THPANORAMA. **Nitrato de cobre (Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) Estrutura, Propriedades, Usos:** Nitrato de Cobre (II). 10/10/2018. Disponível em: <https://pt.thpanorama.com/blog/ciencia/nitrato-de-cobre-cuno32-estrutura-propiedades-usos.html>. Acesso em: 28 jun. 2019.