

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

JOQUEBEDE FREIRE SANTOS DO VALE

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

MACAU

2018

JOQUEBEDE FREIRE SANTOS DO VALE

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

Relatório técnico apresentado ao Curso Técnico Subsequente em Química. 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: Prof. Dr. Érico Moura Neto

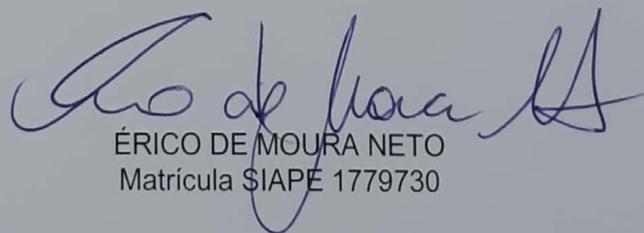
Macau

2018

JOQUEBEDE FREIRE SANTOS DO VALE

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

Aprovado em 01 de junho de 2018.



ÉRICO DE MOURA NETO
Matrícula SIAPE 1779730

AGRADECIMENTOS

Primeiramente à Deus, por ter me dado a oportunidade de concluir mais uma etapa na vida, uma de muitas, e se me permitir quero conquistar todos os planos que tem para mim, pois sem ele nada seria.

Aos meus pais, Natallúcia do Vale e Isaiás do Vale, e à minha irmã Jesaiane do Vale, que sempre foram e serão meu porto seguro, por me apoiarem e me ajudarem quando precisei, essa conquista não é somente minha, vocês são os maiores mercedores.

Aos meus amigos, os que tive o privilégio de conhecer durante o curso, e os que me acompanham em cada vitória.

Aos meus professores que compartilharam parte de seu conhecimento, em especial ao meu orientador Érico de Moura Neto, por ter me aconselhado em cada detalhe desse relatório.

À todos que me deram suporte durante o curso, agradeço de coração a todos vocês.

RESUMO

O íon Cobalto (II), dissociado do Cloreto de Cobalto Hexahidratado, é um composto de coloração rosa profundo utilizado em alguns setores da indústria e para a verificação de umidade em determinados ambientes. Através do método analítico quantitativo de espectrofotometria foi possível construir a sua curva de calibração pelo método de adição de padrão externo. Por intermédio do espectrofotômetro, avaliou-se no intervalo do ultravioleta-visível entre 340 e 750 nm, que o comprimento de onda que revelou-se por ter a maior absorbância de radiação foi o de 510 nm. Trabalhando em tal comprimento, foi possível coletar as absorbâncias para cada padrão externo e, utilizou-se as médias aritméticas das absorbâncias de cada padrão para determinar a inclinação da curva e o seu intercepto, nos quais revelaram uma reta como sendo a natureza da curva de calibração. Os limites de linearidade, quantificação e sensibilidade avaliaram a qualidade da curva e comprovaram os bons resultados. Portanto, vimos a possibilidade de confeccionar a curva do íon no ultravioleta-visível pelo método proposto.

Palavras-chave: Cobalto (II). Espectrofotometria. Curva de Calibração. Equação de Beer.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	8
2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	11
2.1. PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO MÃE.....	11
2.1.1. Cálculo da concentração.....	11
2.2. PREPARAÇÃO DOS PADRÕES.....	12
2.2.1. Alíquota de 1,00 mL da Solução Mãe.....	13
2.2.2. Alíquota de 3,00 mL da Solução Mãe.....	13
2.2.3. Alíquota de 5,00 mL da Solução Mãe.....	14
2.2.4. Alíquota de 10,00 mL da Solução Mãe.....	14
2.2.5. Alíquota de 15,00 mL da Solução Mãe.....	14
2.2.6. Alíquota de 20,00 mL da Solução Mãe.....	14
2.3. MÉDIAS DAS ABSORBÂNCIAS MEDIDAS NO ESPECTROFOTÔMETRO.....	15
2.3.1. Média do Padrão 1,00 mL.....	15
2.3.2. Média do Padrão 3,00 mL.....	15
2.3.3. Média do Padrão 5,00 mL.....	15
2.3.4. Média do Padrão 10,00 mL.....	15
2.3.5. Média do Padrão 15,00 mL.....	15
2.3.6. Média do Padrão 20,00 mL.....	15
2.3.7. Média do Padrão 25,00 mL (Solução mãe).....	16
2.4. DESVIO PADRÃO.....	16
2.4.1. Padrão com 1,00 mL.....	16
2.4.2. Padrão com 3,00 mL.....	17
2.4.3. Padrão com 5,00 mL.....	17
2.4.4. Padrão com 10,00 mL.....	18
2.4.5. Padrão com 15,00 mL.....	18
2.4.6. Padrão com 20,00 mL.....	19
2.4.7. Solução Mãe.....	20
2.5. CONCENTRAÇÃO X ABSORBÂNCIA MÉDIA.....	20
2.6. INCLINAÇÃO (m) e INTERCEPTO (b).....	21
2.6.1. Inclinação (m).....	22
2.6.2. Intercepto (b).....	22
2.7. EQUAÇÃO DA RETA.....	22
2.8. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO.....	22

2.9.	LIMITE DE SENSIBILIDADE	23
2.10.	LIMITE DE LINEARIDADE (LDL).....	23
2.11.	LIMITE DE QUANTIFICAÇÃO (LDQ)	23
3.	CONCLUSÕES.....	26
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	27

1. INTRODUÇÃO

Métodos analíticos quantitativos estão totalmente empregados no mundo da química para diversos fins, sendo que suas utilidades foram extremamente aproveitadas para o crescimento e aprimoramento do conhecimento científico de diversas áreas (TONEGURRI, 2017).

Eles podem ser divididos em modo clássico ou instrumental, e este último é capaz de revelar a natureza de elementos através da conversão de características físicas e químicas próprias de cada um, o que torna possível, por intermédio de estímulos específicos, a manipulação e a interpretação de tais informações por parte do homem (HARRIS, 2005).

Quando se trata, principalmente, da identificação de espécies químicas e a determinação de suas concentrações, a espectrofotometria é um deles. Absorver a radiação (Raios X, frequências visíveis, Infravermelho (IR) e Ultravioleta (UV)) é o princípio por trás deste método analítico, no qual cada solução possui um padrão de espectro diferente, tornando fácil o reconhecimento delas (HARRIS, 2005).

Espectrofotômetros são equipamentos capazes de lançar radiação nas soluções em análise, com diferentes comprimentos de onda, possibilitando avaliar a quantidade de radiação que foi absorvida e/ou passada pela solução (Absorbância), e, assim, perceber a melhor frequência a ser trabalhada. Existem muitos modelos deste equipamento, os mais modernos conseguem disparar grandes intervalos de comprimentos de ondas diferentes e, ainda, apresentar os valores de absorbância correspondente a cada um (MAZAG, 2018).

Os valores da absorbância estão em função das concentrações de suas soluções analisadas, com isso, a química analítica consegue encontrar diversas informações sobre as soluções, tal como a concentração, obedecendo à sua curva de calibração (MAZAG, 2018).

A curva de calibração refere-se a um gráfico gerado a partir de experimentos práticos que envolvem os padrões de calibração, e que cada resultado encontrado

cria, normalmente, uma reta correspondente aos valores de Absorbância e Concentração, em nosso caso. Tal curva obedece à lei de Beer, em que soluções absorvem diferentes quantidades de luz em função de sua concentração (MAZAG, 2018).

Na prática, a quantidade de luz que é absorvida nos revela informações que apenas um determinado composto possui. Por exemplo, comumente diz-se que rios estão contaminados com metais pesados prejudiciais à saúde do homem e do meio ambiente, neste caso a informação coletada na espectrofotometria de uma amostra da água desse rio pode nos revelar sua existência e revelar qual é o composto. (MAZAG, 2018).

Neste trabalho iremos trabalhar com o Cloreto de Cobalto (II) hexahidratado ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ele possui uma coloração rosa profundo, quando se dissocia em água, devido a formação do complexo hexaaquacobalto (II), $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. O Cloreto de Cobalto é um importante composto químico que está englobado em muitas aplicações diferentes, como na Construção Civil, na Saúde e na Alimentação. Ele atua na formulação das tintas, na eliminação de microrganismo que vivem em vegetais, na confecção de cerâmicas, na identificação de umidade em ambientes, dentre outras (SOUZA, 2018). Alguns autores revelam que este composto pode ser tóxico ao ambiente e aos humanos, acentuando a necessidade de controlar esta substância adequadamente para evitar riscos à saúde, portanto a realização de testes com alimentos e/ou com humanos podem ser uma das formas de controle (HOLLER e CROUCH, 2006).

Verificar, por exemplo, os níveis de concentração deste composto nos alimentos, no sangue de pessoas e em ambientes pelo método analítico espectrofotometria, pode ajudar na manutenção da saúde e do bem-estar de todos, e é um dos potenciais que o método descrito no trabalho em questão possui.

Para a obtenção dos valores de absorbância para os padrões externos preparados de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, foi utilizado um espectrofotômetro do tipo BEL 1105 (Figura 1), visível, com quatro cubetas, possui alta sensibilidade, trazendo qualidade

aos números do trabalho, com o objetivo de obter a curva de calibração para o íon Co (II).

Fotografia 1 - Espectrofotômetro BEL 1105 utilizado nos experimentos.



Fonte: Autoria própria (2018).

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Através do método de adição de padrão externo, a curva de calibração para o íon Co (II) será formada. Este método está baseado na lei Beer em que o sinal do espectrofotômetro (Absorbância) é uma função da concentração do composto.

Para início foi preparado uma Solução Mãe ou Solução Matriz, essa solução deve possuir concentração e volume conhecidos e será utilizada para confecção dos padrões.

2.1. PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO MÃE

Foi pesada e diluída em água destilada uma massa de 5,9486 gramas de cloreto de cobalto hexahidratado (Massa Molar 237,93 g/mol) num béquer, transferindo-se quantitativamente logo após para um balão volumétrico de 100 mL, o volume foi completado com água destilada.

2.1.1. Cálculo da concentração

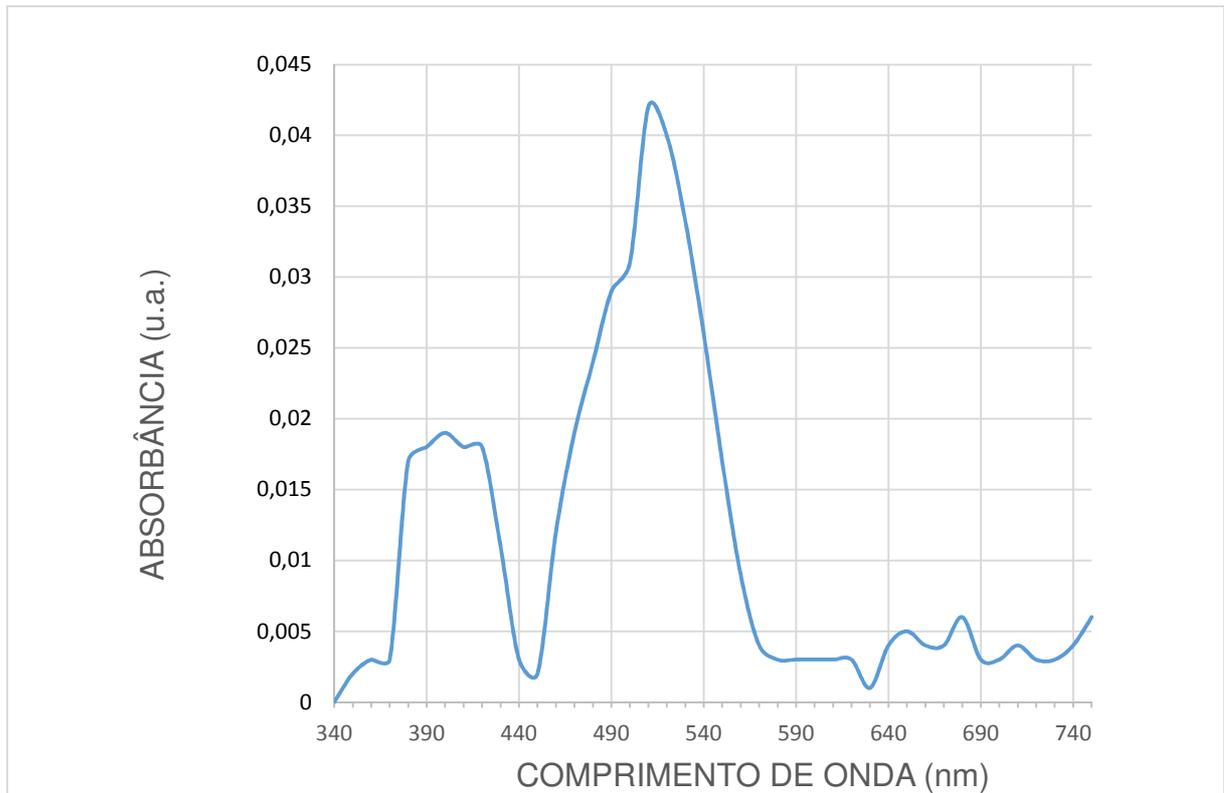
$$C = \frac{m}{MM \cdot V}$$

$$C = \frac{5,9486 \text{ g}}{237,93 \text{ g/mol} \cdot 0,1000 \text{ L}}$$

$$C = 0,250014710 \text{ mol/L}$$

Após o preparo da solução foi coletada uma pequena amostra a ser medida no espectrofotômetro, antes corrigido com o branco. Em um intervalo de 340 a 750 nm compreendendo o espectro do Ultra violeta ao Visível (UV-Vis), foram obtidos diversos valores para a Absorbância (A), conforme o gráfico 1 abaixo:

Gráfico 1: Absorbância X Comprimento de onda (nm) da Solução mãe medidos no espectrofotômetro.



Fonte: Autoria Própria (2018).

O melhor comprimento de onda é aquele que apresenta o maior pico de Absorbância. Como visto no gráfico o maior pico encontrado foi em 510 nm, no qual será o escolhido como comprimento de onda para a confecção da curva de calibração neste trabalho.

2.2. PREPARAÇÃO DOS PADRÕES.

A partir da solução mãe preparamos seis padrões de 25 mL cada, para tal foram pipetados, com o auxílio de pipetas volumétricas, diferentes volumes de 1,00; 3,00; 5,00; 10,00; 15,00 e 20,00 mL da solução matriz. Todas as alíquotas foram transferidas quantitativamente para balões volumétricos de 25,00 mL e completado o volume com água destilada, cada uma apresentando uma concentração diferente (Fotografia 2). Esse processo foi repetido mais duas vezes, resultando em três exemplares de cada. Veremos que cada padrão possui um determinado valor de concentração, conforme abaixo:

Fotografia 2 - Alíquotas de 25 mL e suas respectivas concentrações.



Fonte: Autoria Própria (2018).

2.2.1. Alíquota de 1,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,001 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,000250014710 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,0100005884 \text{ mol/L}$$

2.2.2. Alíquota de 3,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,003 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,000750044130 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,300017652 \text{ mol/L}$$

2.2.3. Alíquota de 5,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,005 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,00125007355 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,0500029420 \text{ mol/L}$$

2.2.4. Alíquota de 10,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,010 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,00250014710 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,100005884 \text{ mol/L}$$

2.2.5. Alíquota de 15,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,015 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,00375022065 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,150008826 \text{ mol/L}$$

2.2.6. Alíquota de 20,00 mL da Solução Mãe

$$C_f \cdot V_f = C_1 \cdot V_1$$

$$0,025 \text{ L} \cdot C_f = 0,250014710 \text{ mol/L} \cdot 0,020 \text{ L}$$

$$C_f = \frac{0,00500029420 \text{ mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$C_f = 0,20011768 \text{ mol/L}$$

2.3. MÉDIAS DAS ABSORBÂNCIAS MEDIDAS NO ESPECTROFOTÔMETRO

Os valores obtidos abaixo referem-se aos valores medidos de absorvância no comprimento de onda de 510 nm no espectrofotômetro utilizado para realização do trabalho. Conforme dito, cada alíquota foi preparada em triplicata, nas quais calculou-se suas médias aritméticas.

2.3.1. Média do Padrão 1,00 mL

$$\frac{0,103+0,052+0,062}{3} = \mathbf{0,072333}$$

2.3.2. Média do Padrão 3,00 mL

$$\frac{0,188+0,147+0,152}{3} = \mathbf{0,165666}$$

2.3.3. Média do Padrão 5,00 mL

$$\frac{0,300+0,249+0,251}{3} = \mathbf{0,2666}$$

2.3.4. Média do Padrão 10,00 mL

$$\frac{0,540+0,483+0,492}{3} = \mathbf{0,505}$$

2.3.5. Média do Padrão 15,00 mL

$$\frac{0,761+0,722+0,728}{3} = \mathbf{0,737}$$

2.3.6. Média do Padrão 20,00 mL

$$\frac{0,997+0,954+0,960}{3} = \mathbf{0,97033}$$

2.3.7. Média do Padrão 25,00 mL (Solução mãe)

$$\frac{1,209+1,174+1,189}{3} = \mathbf{1,19066}$$

2.4. DESVIO PADRÃO

Os desvios padrões calculados referem-se às triplicatas dos sinais que foram verificados no espectrofotômetro e para cada padrão foi calculado o desvio.

2.4.1. Padrão com 1,00 mL

Os dados da tabela 1 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorbâncias obtidas para o padrão externo obtido com 1,00 mL da solução mãe.

Tabela 1 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 1,0 mL.

Absorbância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,103	0,103 – 0,07233333	(0,03066667) ²	0,000940445
0,052	0,052 – 0,07233333	(-0,02033333) ²	0,000413444
0,062	0,062 – 0,07233333	(-0,01033333) ²	0,000106778
			Σ 0,001460667

$$\partial x = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,001460667}{3-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,001460667}{2}}$$

$$\partial x = \sqrt{0,00073}$$

$$\partial x = \mathbf{0,027024680078279}$$

2.4.2. Padrão com 3,00 mL

Os dados da tabela 2 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorvâncias obtidas para o padrão externo obtido com 3,00 mL da solução mãe.

Tabela 2 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 3,0 mL.

Absorvância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,198	0,198 – 0,16566666	(0,03233334) ²	0,00104545
0,147	0,147 – 0,16566666	(-0,01866666) ²	0,000348444
0,152	0,152 – 0,16566666	(-0,01366666) ²	0,000186778
			Σ 0,001580672

$$\partial x = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,001580672}{3-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,001580672}{2}}$$

$$\partial x = \sqrt{0,000790336}$$

$$\partial x = \mathbf{0,028112867753634}$$

2.4.3. Padrão com 5,00 mL

Os dados da tabela 3 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorvâncias obtidas para o padrão externo obtido com 5,00 mL da solução mãe.

Tabela 3 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 5,0 mL.

Absorvância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,300	0,300 – 0,2666	(0,0334) ²	0,00111556
0,249	0,249 – 0,2666	(-0,0176) ²	0,00030976
0,251	0,251 – 0,2666	(-0,0156) ²	0,00024336
			Σ 0,00166868

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$s_x = \sqrt{\frac{0,00166868}{3-1}}$$

$$s_x = \sqrt{\frac{0,00166868}{2}}$$

$$s_x = \sqrt{0,00083434}$$

$$s_x = \mathbf{0,02888482877452}$$

2.4.4. Padrão com 10,00 mL

Os dados da tabela 4 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorvâncias obtidas para o padrão externo obtido com 10,00 mL da solução mãe.

Tabela 4 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 10,0 mL.

Absorvância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,540	0,540 – 0,505	(0,03500) ²	0,001225
0,483	0,483 – 0,505	(-0,02200) ²	0,000484
0,492	0,492 – 0,505	(-0,01300) ²	0,000169
			Σ 0,001878

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$s_x = \sqrt{\frac{0,001878}{3-1}}$$

$$s_x = \sqrt{\frac{0,001878}{2}}$$

$$s_x = \sqrt{0,000939}$$

$$s_x = \mathbf{0,030643106892089}$$

2.4.5. Padrão com 15,00 mL

Os dados da tabela 5 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorvâncias obtidas para o padrão externo obtido com 15,00 mL da solução mãe.

Tabela 5 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 15,0 mL.

Absorbância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,761	0,761 – 0,737	(0,02400) ²	0,000576
0,722	0,722 – 0,737	(-0,01500) ²	0,000225
0,728	0,728 – 0,737	(-0,00900) ²	0,000081
			Σ 0,000882

$$\partial x = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,000882}{3-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,000882}{2}}$$

$$\partial x = \sqrt{0,000441}$$

$$\partial x = 0,021$$

2.4.6. Padrão com 20,00 mL

Os dados da tabela 6 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorbâncias obtidas para o padrão externo obtido com 20,00 mL da solução mãe.

Tabela 6 - Relação entre o sinal e sua média do padrão de 20,0 mL.

Absorbância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
0,997	0,997 – 0,97033	(0,02667) ²	0,0007112889
0,954	0,954 – 0,97033	(-0,01633) ²	0,0002666689
0,960	0,960 – 0,97033	(-0,01033) ²	0,0001067089
			Σ 0,0010846667

$$\partial x = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,0010846667}{3-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,0010846667}{2}}$$

$$\partial x = \sqrt{0,00054233335}$$

$$\partial x = 0,023288051299611$$

2.4.7 Solução mãe

Os dados da tabela 7 referem-se ao cálculo para o desvio padrão referente a média das absorvâncias obtidas para o padrão externo da solução mãe.

Tabela 7 - Relação entre o sinal e sua média da Solução Mãe.

Absorvância (x)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$	Valor obtido
1,209	1,209 – 1,19066	$(0,01834)^2$	0,0003363556
1,174	1,174 – 1,19066	$(-0,01666)^2$	0,0002775556
1,189	1,189 – 1,19066	$(-0,00166)^2$	0,0000027556
			$\Sigma 0,0006166668$

$$\partial x = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,0006166668}{3-1}}$$

$$\partial x = \sqrt{\frac{0,0006166668}{2}}$$

$$\partial x = \sqrt{0,0003083334}$$

$$\partial x = 0,017559422921421$$

2.5. CONCENTRAÇÃO X ABSORVÂNCIA MÉDIA

Para fins de organização e melhor visualização dos dados encontrados até agora, as concentrações e seus respectivos sinais estão dispostos na tabela 8 abaixo. Ainda assim, faz-se necessário encontrar as seguintes quantidades: **Sxx** é a soma dos quadrados dos desvios dos valores de x em relação à média, semelhantemente **Syy** e **Sxy**.

Tabela 8 - Concentração (x) X Absorbância (y).

Concentração(x)	Absorbância(y)	x ²	y ²	x.y
0,010005884	0,072333333	0,000100012	0,005232111	0,000723376
0,030001765	0,165666667	0,000900106	0,027445444	0,004970292
0,050002942	0,266666667	0,002500294	0,071111111	0,013334118
0,100005884	0,505000000	0,010001177	0,255025000	0,050502971
0,150008826	0,737000000	0,022502648	0,543169000	0,110556505
0,200011768	0,970333333	0,040004707	0,941546778	0,194078086
0,250014710	1,190666667	0,062507355	1,417687111	0,297684181
Σ 0,790046484	3,907666667	0,138516299	3,261216556	0,671849530

$$S_{yy} = \sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{N}$$

$$S_{yy} = 3,261216556 - \frac{(3,907666667)^2}{7}$$

$$S_{yy} = 3,261216556 - 2,18140840$$

$$\mathbf{S_{yy} = 1,07980816}$$

$$S_{xx} = \sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{N}$$

$$S_{xx} = 0,138516299390965 - \frac{(0,790046484260076)^2}{7}$$

$$S_{xx} = 0,138516299390965 - 0,0891676353$$

$$\mathbf{S_{xx} = 0,049348664}$$

$$S_{xy} = \sum x.y - \frac{\sum x.\sum y}{N}$$

$$S_{xy} = 0,671849529861724 - \frac{0,790046484260076 \times 3,907666667}{7}$$

$$S_{xy} = 0,671849529861724 - 0,441034045$$

$$\mathbf{S_{xy} = 0,230815485}$$

2.6. INCLINAÇÃO (m) e INTERCEPTO (b)

Após as três quantidades definidas, vamos calcular a inclinação que a reta faz com o eixo das abcissas (m) e o valor do intercepto (b).

2.6.1. Inclinação (m)

$$m = \frac{S_{xy}}{S_{xx}}$$

$$m = \frac{0,230815485}{0,049348664}$$

$$m = \mathbf{4,677238780}$$

2.6.2. Intercepto (b)

$$b = \frac{\sum y}{N} - m \cdot \frac{\sum x}{N}$$

$$b = \frac{3,907666667}{7} - 4,677238780 \cdot \frac{0,790046484260076}{7}$$

$$b = 0,558238095 - 0,527890865$$

$$b = \mathbf{0,0303472302}$$

2.7. EQUAÇÃO DA RETA

Encontrado todos esses valores, pode-se obter a curva de calibração, a partir da equação fundamental da reta abaixo, em que os valores da Absorbância (y) estão em função da concentração (x):

$$y = m \cdot x + b$$

$$y = 4,677238780 \cdot x + 0,0303472302$$

2.8. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO

O coeficiente de determinação (R^2) é uma medida de ajustamento de um modelo estatístico linear generalizado em relação aos valores observados e pode ser calculado por:

$$R^2 = \frac{m \cdot S_{xy}}{S_{yy}}$$

$$R^2 = \frac{4,677238780 \cdot 0,230815485}{1,07980816}$$

$$R^2 = 0,999787904$$

Este valor demonstra que nossa curva de calibração possui uma linearidade muito boa e, portanto, confirma a qualidade da reta.

2.9. LIMITE DE SENSIBILIDADE

A definição quantitativa da sensibilidade que é aceita pela *International Union of Pure and Applied Chemistry* IUPAC é a sensibilidade de calibração, que consiste na inclinação da curva (m) de calibração na concentração de interesse. Diante disto podemos perceber que o nosso limite corresponde a nosso valor já explicitado de $m = 4,677238780$.

2.10. LIMITE DE LINEARIDADE (LDL)

O limite de linearidade assume o maior valor de Absorbância calculado pelo espectrofotômetro, onde permanece uma relação linear entre a absorbância e a concentração. Para valores de espectroscopia que seguem a Lei de Beer, o valor máximo de y é 1,00, considera-se o próprio 1,00, portanto, aplicando-se este valor na nossa equação da reta temos a concentração de LDL:

$$y = 4,677238780 \cdot x + 0,0303472302$$

$$1,00 = 4,677238780 \cdot x + 0,0303472302$$

$$1,00 - 0,0303472302 = 4,677238780 \cdot x$$

$$0,96965277 = 4,677238780 \cdot x$$

$$x = \frac{0,96965277}{4,677238780}$$

$$\text{LDL} = 0,207313078 \text{ mol/L}$$

2.11. LIMITE DE QUANTIFICAÇÃO (LDQ)

O limite de quantificação (LDQ) será considerado como sendo a concentração 5% maior que o limite de detecção (Cm). Abaixo apresenta-se a fórmula para

determinar o limite de detecção, sabendo que o sinal do branco (S_{br}) foi calibrado no equipamento como 0 (zero), o S_m é o menor sinal analítico verificado, que no nosso caso foi a absorbância para a menor concentração utilizada e m é a inclinação da reta, temos:

$$C_m = \frac{S_m - \overline{S_{br}}}{m}$$

$$C_m = \frac{0,072333 - 0}{4,677238780}$$

$$C_m = 0,015465093 \text{ mol/L}$$

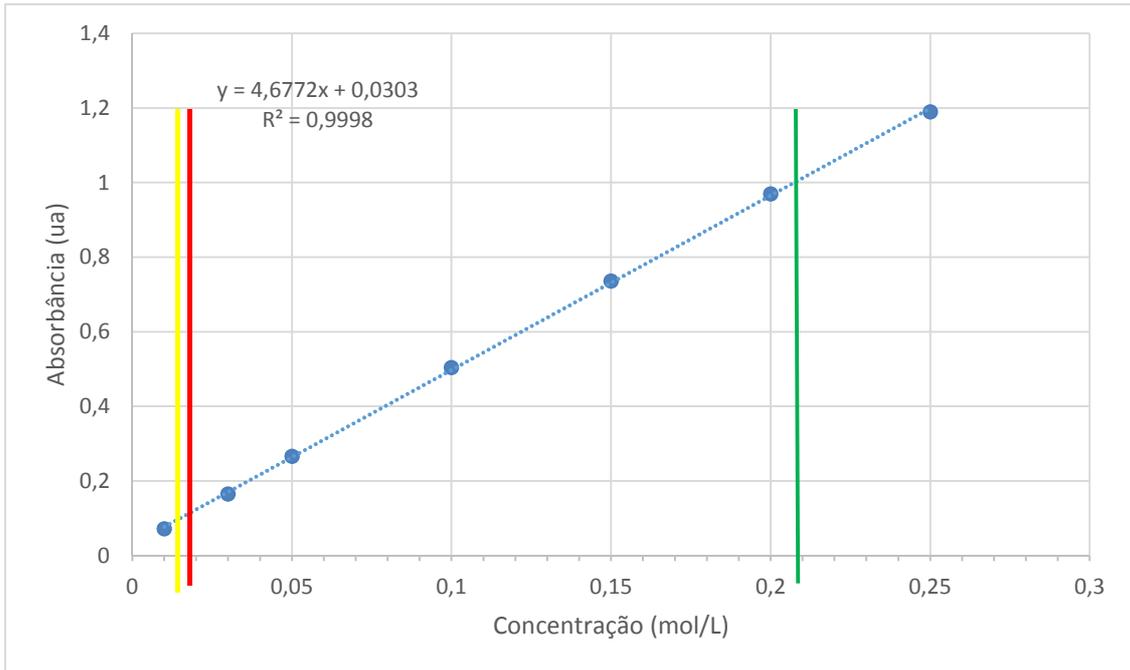
$$LDQ = C_m + 5\% C_m$$

$$LDQ = 0,015465093 + 0,015465093 \cdot 0,05$$

$$LDQ = 0,0162383477 \text{ mol/L}$$

A curva de calibração do íon Cobalto (II) mostrou-se bastante eficaz devido sua retilinearidade. Isto quer dizer que a proporcionalidade da função manteve-se constante, tornando a curva de boa qualidade. Os resultados estão sumarizados no gráfico 2 abaixo, a reta perpendicular amarela representa o C_m (limite de detecção), enquanto a reta vermelha representa o limite de quantificação e a reta verde é o limite de linearidade. Todos esses valores estão baseados na curva de calibração (reta azul), onde seus valores estão inseridos numa reta com pontos colineares.

Gráfico 2 - Curva de Calibração do Íon Cobalto (II).



Fonte: Autoria Própria (2018).

3. CONCLUSÕES

A partir da pesquisa foi possível confeccionar a curva de calibração para o íon cobalto (II) no espectro do Ultra Violeta – Visível. O íon apresentou melhor absorção na região do UV-Vis no comprimento de onda de 510 nm. As triplicatas mantiveram seu desvio padrão numa amplitude de 0,013, mostrando pouco desvio, sinônimo de resultado satisfatório.

O limite de linearidade foi estipulado com base em um valor determinado de absorbância, porém seus valores mantiveram-se retilíneos por um intervalo ainda maior. Os padrões da solução mostraram-se condizentes com a função da reta $[A(x) = 4,677238780 \cdot x + 0,0303472302]$, em que X é a concentração da solução.

Portanto, podemos concluir que a curva de calibração do íon cobalto (II) é satisfatória no comprimento de onda de 510 nm onde ocorre maior absorbância.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MAZAG. **Curva de calibração.** 2018. Disponível em: <<http://www.manutencaoesuprimentos.com.br/conteudo/6891-curva-de-calibracao/>>.

Acesso em: 16 Mai. 2018.

HARRIS, D. (2005). Análise Química Quantitativa. Rio de Janeiro: LTC. (2005)

PIMENTEL, M. F., & Barros Neto, B. (1996). Calibração: uma revisão para químicos analíticos. Química Nova, pp. 268-277. Skoog, D. A., West, D. M.,

HOLLER, F., & CROUCH, S. R. (2006). Fundamentos de Química Analítica. São Paulo: Pioneira Thomson Learning.

TONEGURRI, Claudio Antonio. Calibração em química analítica: uma breve revisão. Universidade Federal do Paraná (UFPR). 2017.

SOUZA, Líria Alves de. **Cobalto.** Disponível em <<https://brasilecola.uol.com.br/quimica/cobalto.htm>>. Acesso em 18 de maio de 2018.