

QUI-110 – LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA

1º Semestre / 2020

ROTEIRO DE LABORATÓRIO

FUNDAMENTOS DA ELETROQUÍMICA

➤ **PRÁTICA 1: Construção de eletrodos e células eletroquímicas**

- a) Montar eletrodos de trabalhos:
 - i. Eletrodo de cobre
 - ii. Eletrodo de prata
 - iii. Eletrodo de zinco
- b) Montagem de ponte salina.
- c) Montagem da pilha de Daniell.
 - i. Qual o potencial medido?
 - ii. Qual o potencial sem a ponte salina? Por quê?
 - iii. Adicione uma solução de cobre $1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ na semi-célula do cobre. O que aconteceu?
 - iv. Adicione uma solução de zinco $1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ na semi-célula do zinco. O que aconteceu?

Obs.: Preparar 50 mL das soluções iniciais de CuSO_4 e ZnSO_4 ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$)

Preparar 50 mL das soluções de CuSO_4 e ZnSO_4 ($1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$) a partir das soluções iniciais.

➤ **PRÁTICA 2: Verificação experimental da equação de Nernst**

- ✓ Prepare uma solução $0,10 \text{ mol L}^{-1}$ de nitrato de prata;
- ✓ Prepare 25 mL de cada uma das soluções 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} e $10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de nitrato de prata a partir da solução estoque;
- ✓ Meça o potencial dessas soluções usando os eletrodos de prata (indicador) e $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$ (referência) e também da solução estoque.

Tabela 1. Potenciais da célula eletroquímica.

	$[\text{Ag}^+] / \text{mol L}^{-1}$	E / V
Padrão 01	0,10	
Padrão 02	$1,0 \times 10^{-2}$	
Padrão 03	$1,0 \times 10^{-3}$	
Padrão 04	$1,0 \times 10^{-4}$	
Padrão 05	$1,0 \times 10^{-5}$	

Questões:

- 1) Em que princípio se baseia essa técnica?
- 2) Trace um gráfico de $E(\text{V})$ vs log da concentração da solução padrão.
- 3) Determine a equação da reta. Compare o coeficiente angular da reta com o valor esperado teoricamente.

POTENCIOMETRIA

➤ **PRÁTICA 3: Análise potenciométrica de ácido acético no vinagre**

1ª Parte: Calibração do Eletrodo de Vidro

- ✓ O eletrodo de vidro combinado, lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao potenciômetro, deve ser mergulhado numa solução tampão de pH 7,0;
- ✓ Movimente, com cuidado, a solução tampão, aguardar a estabilização do pH;
- ✓ Repita o procedimento usando solução tampão de pH 4,0;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente re-utilizadas.

2ª Parte: Determinação do Ácido Acético no Vinagre

- ✓ Pipete 1,00 mL de vinagre em béquer de 100 mL, limpo e seco;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorregar pelas paredes, cuidadosamente, a barra magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo indicador na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente mergulhado na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução (cerca de 15 segundos);
- ✓ Leia o pH da solução;
- ✓ A seguir, adicione 8,00 mL de hidróxido de sódio _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de pH;
- ✓ Repita o procedimento duas vezes;
- ✓ **Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água.**

Tabela 3. Valores de pH na titulação potenciométrica.

Volume de NaOH / mL	pH	pH	pH
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			

Questões:

- 1) Organize uma tabela com os dados de pH *versus* volume de NaOH medidos e construa a curva de titulação.
- 2) Determine a concentração média de HAc em mol L⁻¹ e em g L⁻¹ na amostra de vinagre analisada.
- 3) Determine o pKa do ácido acético.

➤ **PRÁTICA 4: Determinação potenciométrica de ácido fosfórico do biotônico fontoura**

1ª Parte: Calibração do Eletrodo de Vidro

- ✓ O eletrodo de vidro combinado, lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao potenciômetro, deve ser mergulhado numa solução tampão de pH 7,0;
- ✓ Movimente, com cuidado, a solução tampão, aguardar a estabilização do pH;
- ✓ Repita o procedimento usando solução tampão de pH 4,0;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente re-utilizadas.

2ª Parte: Determinação do ácido fosfórico

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 10,00 mL de uma amostra de biotônico fontoura para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorrer pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo indicador na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barra, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia o pH da solução;
- ✓ A seguir, adicione 10,00 mL de hidróxido de sódio _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de pH;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ **Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água.**

Tabela 4. Valores de pH na titulação potenciométrica.

Volume de NaOH / mL	pH	pH	pH
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			

6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

Questões:

- 1) Organize uma tabela com os dados de pH medidos *versus* volume de NaOH e construa as curvas de titulação, 1ª e a 2ª derivadas.
- 2) Determine a concentração de ácido fosfórico na amostra de biotônico fontoura.
- 3) A partir dos valores de pH encontrados experimentalmente estime os pKas para o ácido fosfórico.
- 3) Compare os resultados obtidos com os valores teóricos determinando os respectivos erros.

➤ **PRÁTICA 5: Determinação de fluoreto em águas naturais**

1ª Parte: Curva de Calibração

- ✓ Prepare uma curva de calibração com cinco padrões de fluoreto (volume final 50,00 mL) com concentrações variando de 0,1 a 2,0 mg L⁻¹ usando uma solução estoque de F⁻ 100 mg L⁻¹ e uma solução de TISAB (29,22 g de cloreto de sódio + 30,25 g de acetato de sódio + 0,15 g de citrato de sódio + 7,5 mL de ácido acético para 500 mL), conforme descrito na tabela 5;
- ✓ Adicione uma quantidade de padrão de fluoreto na célula eletroquímica suficiente para cobrir os dois eletrodos (eletrodo indicador – íon seletivo para fluoreto e eletrodo de referência – Ag/AgCl_(sat)), adicione a barra magnética e realize a medida do potencial gerado;
- ✓ Para anotar o valor do potencial medido para cada padrão, espere a medida estabilizar por 10 segundos.

Tabela 5. Pontos para construção da curva de calibração do fluoreto.

Padrão de Fluoreto	1	2	3	4	5
Volume da solução de F⁻ estoque/μL	50	100	250	500	1000
[F⁻]	mg L ⁻¹	mg L ⁻¹	mg L ⁻¹	mg L ⁻¹	mg L ⁻¹
Volume de TISAB/μL	3000	3000	3000	3000	3000
Potencial/mV					

2ª Parte: Análise das amostras de água

- ✓ Meça 50 mL da amostra de água com auxílio de uma proveta e adicione na célula eletroquímica;

- ✓ Meça 3000 μL de TISAB e adicione na mesma célula onde estão os dois eletrodos (eletrodo indicador – íon seletivo para fluoreto e eletrodo de referência – $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$), adicione a barra magnética e realize a medida do potencial gerado, conforme descrito na tabela 6;
- ✓ Para anotar o valor do potencial medido para cada amostra, espere a medida estabilizar por 10 segundos.

Tabela 6. Dados das amostras de água para a determinação de fluoreto.

Amostra	1	2	3
Volume de amostra/mL	50	50	50
Volume de TISAB/μL	3000	3000	3000
Potencial/mV			
$[\text{F}^-]/\text{mg L}^{-1}$?	?	?

Questões:

- 1) Construa a curva de calibração obtida com os padrões de fluoreto e com a equação da reta calcule o valor de fluoreto nas suas amostras.
- 2) Qual foi o tipo de eletrodo usado para medir o fluoreto? Dê sua representação esquemática.

➤ **PRÁTICA 6: Determinação potenciométrica de NO_3^- em água mineral**

1ª Parte: Curva de Calibração

- ✓ Prepare uma curva de calibração com cinco padrões de nitrato (volume final 50,00 mL) com concentrações variando de 2,0 a 10,0 mg L^{-1} usando uma solução estoque de NaNO_3 100 mg L^{-1} e 500 μL de uma solução de sulfato de amônio 0,40 mol L^{-1} , conforme descrito na tabela 7;
- ✓ Adicione uma quantidade de padrão de nitrato na célula eletroquímica suficiente para cobrir os dois eletrodos (eletrodo indicador – íon seletivo para nitrato e eletrodo de referência – $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$) e realize a medida do potencial gerado;
- ✓ Para anotar o valor do potencial medido para cada padrão, espere a medida estabilizar por 10 segundos.

Tabela 7. Pontos para construção da curva de calibração do fluoreto.

Padrão de Nitrato	1	2	3	4	5
Volume da solução de NO_3^- estoque/μL					
$[\text{NO}_3^-]$	2 mg L^{-1}	4 mg L^{-1}	6 mg L^{-1}	8 mg L^{-1}	10 mg L^{-1}
Potencial/mV					

2ª Parte: Análise das amostras de água

- ✓ Transfira 5 mL da amostra de água mineral para um balão volumétrico de 25,00 mL;
- ✓ Meça 500 μL de sulfato de amônio e adicione ao balão volumétrico, no qual está à amostra de água mineral, complete o balão com água destilada;
- ✓ Coloque a solução da amostra na célula eletroquímica onde está o eletrodo combinado para nitrato (eletrodo indicador – íon seletivo para nitrato e eletrodo de referência – $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$) e realize a medida do potencial gerado;

- ✓ Para anotar o valor do potencial medido para a amostra, espere a medida estabilizar por 10 segundos.

Tabela 8. Dados das amostras de água para a determinação de fluoreto. Volume final de 25 mL.

Amostra	1	2	3
Volume de amostra/mL	5	5	5
Volume de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ / μL	500	500	500
Potencial/mV			
$[\text{NO}_3^-]/\text{mg L}^{-1}$?	?	?

Questões:

- 1) Construa a curva de calibração obtida com os padrões de nitrato e com a equação da reta calcule o valor de nitrato nas suas amostras.
- 2) Qual foi o tipo de eletrodo usado para medir nitrato? Dê sua representação esquemática.

CONDUTOMETRIA➤ **PRÁTICA 7: Titulação condutométrica de ácido forte com base forte**1ª Parte: Calibração do Condutivímetro

- ✓ O eletrodo de condutividade (platina), lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao condutivímetro, deve ser mergulhado numa solução de padrão de KCl para ajuste da constante da célula;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente utilizadas.

2ª Parte: Determinação do ácido forte

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 5,00 mL de uma amostra de ácido clorídrico para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorrer pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia a condutividade da solução;
- ✓ A seguir, adicione 10,00 mL de hidróxido de sódio _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de condutividade;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ **Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água de uma pisseta.**

Tabela 9. Valores de condutividade na titulação condutométrica.

Volume de NaOH / mL	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

Questões:

- 1) Construa a curva de condutividade corrigida em função do volume de titulante adicionado.
- 2) Calcular a concentração de ácido clorídrico (em mol L⁻¹) na amostra analisada.
- 3) Comparar a concentração de ácido clorídrico com o valor de referência.

➤ **PRÁTICA 8: Determinação condutométrica de ácido acético em vinagre**

1ª Parte: Calibração do Condutivímetro

- ✓ O eletrodo de condutividade (platina), lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao condutivímetro, deve ser mergulhado numa solução de padrão de KCl para ajuste da constante da célula;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente utilizadas.

2ª Parte: Determinação do ácido forte

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 1,00 mL de uma amostra de vinagre adulterado para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorrer pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;

- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia a condutividade da solução;
- ✓ A seguir, adicione 10,00 mL de hidróxido de sódio _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de condutividade;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ *Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água de uma pisseta.*

Tabela 10. Valores de condutividade na titulação condutométrica.

Volume de NaOH / mL	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

Questões:

- 1) Construa a curva de condutividade corrigida em função do volume de titulante adicionado.
- 2) Calcular a concentração do ácido acético (em g/L e em porcentagem massa/volume) na amostra analisada.
- 3) Comparar a concentração do ácido acético com o valor de referência.

➤ **PRÁTICA 9: Análise condutométrica de vinagre adulterado com HCl**

1ª Parte: Calibração do Condutivímetro

- ✓ O eletrodo de condutividade (platina), lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao condutivímetro, deve ser mergulhado numa solução de padrão de KCl para ajuste da constante da célula;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente utilizadas.

2ª Parte: Determinação do ácido forte

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 10,00 mL de uma amostra de vinagre adulterado para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorrer pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia a condutividade da solução;
- ✓ A seguir, adicione 10,00 mL de hidróxido de sódio _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de condutividade;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ *Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água de uma pisseta.*

Tabela 11. Valores de condutividade na titulação condutométrica.

Volume de NaOH / mL	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

Questões:

- 1) Construa a curva de condutividade corrigida em função do volume de titulante adicionado.
- 2) Calcular a concentração dos ácidos acético e clorídrico (em mol L⁻¹) na amostra analisada.
- 3) Comparar a concentração dos ácidos acético e clorídrico com os valores de referência.

➤ **PRÁTICA 10: Análise condutométrica de cloreto em soro fisiológico e água do mar**

1ª Parte: Calibração do Condutivímetro

- ✓ O eletrodo de condutividade (platina), lavado com água destilada e seco com papel absorvente, conectado ao condutivímetro, deve ser mergulhado numa solução de padrão de KCl para ajuste da constante da célula;
- ✓ Faça a recalibração, se necessário. As soluções tampões devem ser guardadas no frasco fechado, pois podem ser posteriormente utilizadas.

2ª Parte: Determinação do cloreto em soro fisiológico

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 5,00 mL de uma amostra de soro fisiológico para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorregar pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia a condutividade da solução;
- ✓ A seguir, adicione 7,00 mL de nitrato de prata _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de condutividade;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ **Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água.**

Tabela 12. Valores de condutividade na titulação condutométrica.

Volume de AgNO ₃ / mL	K / μS cm ⁻¹	K / μS cm ⁻¹	K / μS cm ⁻¹
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

3ª Parte: Determinação do cloreto em água do mar

- ✓ Com auxílio de uma pipeta volumétrica transfira 1,00 mL de uma amostra de água do mar para um béquer de 100 mL;
- ✓ Adicione água destilada até cobri-los convenientemente;
- ✓ Deixe escorrer pelas paredes, cuidadosamente, a barrinha magnética e coloque o béquer sobre o agitador;
- ✓ Coloque o eletrodo na célula eletroquímica de modo a não tocar na barrinha magnética ou nas paredes laterais, ficando totalmente imerso na solução;
- ✓ Ligue o agitador magnético aumentando-se a rotação da barrinha, gradativamente, até a homogeneização da solução;
- ✓ Leia a condutividade da solução;
- ✓ A seguir, adicione 7,00 mL de nitrato de prata _____ mol L⁻¹ de 0,50 mL em 0,50 mL. Após cada adição meça o novo valor de condutividade;
- ✓ Repita o procedimento mais duas vezes;
- ✓ *Após a titulação, lavar cuidadosamente o eletrodo com jatos de água.*

Tabela 13. Valores de condutividade na titulação condutométrica.

Volume de AgNO ₃ / mL	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$	K / $\mu\text{S cm}^{-1}$
0,00			
0,50			
1,00			
1,50			
2,00			
2,50			
3,00			
3,50			
4,00			
4,50			
5,00			
5,50			
6,00			
6,50			
7,00			
7,50			
8,00			
8,50			
9,00			
9,50			
10,00			

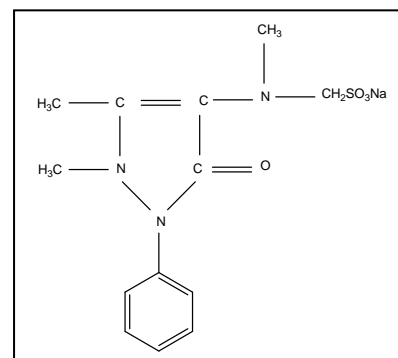
Questões:

- 1) Construa as curvas de condutividade corrigida em função do volume de titulante adicionado.
- 2) Calcular as concentrações de cloreto de sódio no soro fisiológico (em mol L⁻¹ e em porcentagem massa/volume) e de cloreto na água do mar.
- 3) Comparar as concentrações obtidas com os valores de referência.

VOLTAMETRIA

➤ PRÁTICA 11: Determinação voltamétrica de dipirona em fármacos

Desde a sua síntese, a dipirona (1-fenil-2,3-dimetil-4-metilaminometanosulfonato-5-pirazolone) vem sendo freqüentemente usada como analgésico e antipirético. Ao lado de interessantes propriedades terapêuticas, apresenta algumas reações indesejáveis. A Organização Mundial de Saúde alerta para os riscos do emprego deste produto, já que pode causar graves efeitos colaterais, principalmente agranulocitose e outras discrasias sanguíneas. Esta droga é freqüentemente usada em alguns países, entretanto em outros (EUA e Suécia) seu uso tem sido banido ou restringido devido aos riscos de efeitos colaterais.



Procedimento:

- ✓ Prepare uma solução estoque de dipirona (0,100 g em 10,0 mL de eletrólito suporte) com concentração de 10000 ppm;
- ✓ Coloque 10,0 mL de eletrólito suporte (tampão fosfato 50 mmol/L) na célula eletroquímica;
- ✓ Mergulhe os eletrodos de carbono vítreo (trabalho), Ag/AgCl_(sat) (referência) e platina (auxiliar);
- ✓ Faça um voltamograma cíclico do “branco” na faixa de 0,0 a 0,8 V de potencial com velocidade de varredura de 100 mV s⁻¹. Adicione alíquotas de 50 μL da solução estoque e faça os voltamogramas anotando as correntes de oxidação da dipirona;
- ✓ Pese o comprimido, retire uma alíquota de aproximadamente 300 mg e solubilize em eletrólito suporte, logo após transfira para um balão volumétrico de 50,00 mL. Repita o procedimento anterior para a análise da amostra de medicamento.

Tabela 14. Dados de concentração de dipirona e corrente de oxidação.

Volume de dipirona, μL	Concentração de dipirona, mg/L	Corrente de oxidação, A
0		
50		
100		
150		
200		
250		
Volume de amostra, μL	Concentração de dipirona, mg/L	Corrente de oxidação, A
100		
100		
100		

Questões:

- 1) Faça a curva de calibração da análise da dipirona.
- 2) Determine a massa de dipirona no medicamento analisado.
- 3) Verifique a exatidão da sua análise.

➤ **PRÁTICA 12: Determinação amperométrica de ácido ascórbico em fármacos**

- ✓ Prepare 25,00 mL de uma solução estoque de ácido ascórbico 20 mmol L⁻¹ em tampão fosfato pH 7;
- ✓ Prepare 5 padrões de ácido ascórbico ($V_f = 10$ mL) com concentração variando de 2 a 10 mmol L⁻¹ com tampão fosfato pH 7;
- ✓ Prepare a amostra de comprimido de vitamina C fazendo a diluição necessária, a partir da solução da amostra (1 comprimido de 1 g de ácido ascórbico em 250 mL), para determinar a concentração de ácido ascórbico (2,0 mL diluído para 10 mL);
- ✓ Injete cada um dos padrões de ácido ascórbico preparados no sistema em fluxo;
- ✓ Injete a amostra diluída de vitamina C no sistema em fluxo;
- ✓ Meça a corrente de oxidação do ácido ascórbico presente nos padrões e na amostra aplicando um potencial de + 0,60 V;
- ✓ Construa a curva analítica para a determinação do ácido ascórbico;
- ✓ Determine a concentração do ácido ascórbico na amostra. Lembre-se de levar em consideração a diluição na amostra.

Tabela 15. Parâmetros instrumentais para a determinação amperométrica de ácido ascórbico.

Parâmetros Eletroquímicos	
E/V	0,60
Tempo/s	1000
$\Delta E/V$	0,02

Massa de ácido ascórbico =

Concentração de ácido ascórbico =

Tabela 16. Correntes de oxidação dos padrões de ácido ascórbico.

	Volume de ácido ascórbico / μL	[AA]/mol L ⁻¹	Corrente/ μA
Branco	0	0	
Padrão 1			
Padrão 2			
Padrão 3			
Padrão 4			
Padrão 5			
Amostra 1			
Amostra 2			
Amostra 3			

Questões:

- 1) Faça a curva de calibração (ou analítica) para a análise do ácido ascórbico.
- 2) Determine a concentração de ácido ascórbico na amostra analisada.