

**APLICAÇÃO DE PROCESSO ITERATIVO PARA CÁLCULO DE CONCENTRAÇÃO OBTIDA PELO MÉTODO DA ADIÇÃO DE PADRÃO E MEDIDAS POTENCIOMÉTRICAS.** Silvia H.P. Serrano<sup>1</sup>, João C. Alves<sup>2</sup>, M. Encarnación V. Suárez<sup>3</sup> e Graciliano de Oliveira Neto<sup>3</sup>. <sup>1</sup>IQ-USP <sup>2</sup>FUELondrina <sup>3</sup>IQ-UNICAMP

Na utilização do método de adição de padrão, para determinação da concentração de uma amostra, efetuando-se medidas potenciométricas é necessário conhecer previamente os parâmetros ( $E = A + a \cdot B$ ) que relacionam, na equação de Nernst, o potencial à respectiva concentração. Isto não é possível quando se trabalham amostras de matrizes complexas. Neste caso, o procedimento geral<sup>(1)</sup> resume-se na leitura dos potenciais da amostra ( $E$  relativo a  $C$ ) e da amostra com adição de pequenos volumes de solução padrão 100 vezes mais concentrada ( $E'$  relativo a  $C + C_0$ ). A concentração da amostra,  $C$ , é então obtida a partir destes dados e do valor do coeficiente angular ( $a$ ) fornecido pela curva ( $E$  vs  $-\log C$ ), desprezando-se a contribuição da amostra para o potencial do eletrodo. Desenvolveu-se neste trabalho um procedimento de cálculo, envolvendo um processo iterativo, que permite obter os parâmetros da equação de Nernst que correspondem às condições experimentais de trabalho. Na primeira aproximação, através da curva de  $E$  vs  $-\log C$ , obtém-se os coeficientes linear e angular que permitem calcular um valor inicial de  $C$ , a partir de  $E$ . O valor encontrado é utilizado para construir uma nova curva,  $E$  vs  $-\log(C + C_0)$ , e obter novos parâmetros,  $E''$  e  $a'$ . O processo é repetido até obtenção de um valor constante para  $C$ . Este procedimento foi aplicado a medidas potenciométricas de cobre(II) com eletrodo íon-seletivo construído neste Instituto<sup>(2)</sup> em amostras de álcool comercial. O resultado obtido,  $(1,09 \pm 0,07) \times 10^{-5}$  mol/dm<sup>3</sup>, encontra-se em boa concordância com o encontrado por espectrofotometria de absorção atômica,  $(7,87 \pm 1,06) \times 10^{-7}$  mol/dm<sup>3</sup>. O programa foi elaborado na linguagem BASIC.

- (1) M.S. Smith e Stanley E. Manahan, Anal. Chem., **45**(6), 836(1973).
- (2) G. de Oliveira Neto e Silvia H.P. Serrano, Anais do V Simp. Bras. Eletroquim. Eletroanal., **68**, (1986)

X

**DETERMINAÇÃO DE MICROQUANTIDADES DE VANÁDIO COM QUERCETINA.** C. Tancredo, A.B. Neves e L. Hainberger. (Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro).

Devido ao fato de o vanádio ser um metal tóxico, podendo causar graves distúrbios mesmo em muito pequenas quantidades quando a exposição se prolonga, é de interesse dispor-se de métodos de dosagem simples e sensíveis na região de submicrogramas. Para este efeito está sendo aproveitada a formação de um complexo verde quando se acrescenta vanádio a uma solução de quercetina (3,3',4',5,7-pentahidroxiflavona) em acetona. Mostrou-se que somente com VIV se obtém bons resultados. Para isso ferve-se a amostra com HCl concentrado e acrescenta-se ao diluir bissulfito de sódio para reduzir VV presente e impedir a oxidação do VIV. Foi elaborada uma curva de calibração e notou-se que a lei de Lambert-Beer é seguida de 0,03µg/ml até 1,5µg/ml. Procedimento: A 3 ml de amostra de pH 3,8-4,3, podendo conter 0,09 até 4,5µg de VIV acrescenta-se 3 ml de acetona contendo 0,5% de quercetina. A absorvância é medida a 434 nm. O erro relativo situa-se entre 5,07% para 0,03µg/ml e 0,27% para 1,5µg/ml.