

LCE-0116 - Química Analítica Inorgânica

Preparo de amostras

Wanessa Melchert Mattos

wanemelc@usp.br



“Não sei o que está ocorrendo com minha plantação de hortaliças, as folhas estão amareladas e a planta está crescendo muito devagar...preciso de ajuda!!”

A sequência analítica

1. Definição do problema

Qual a informação analítica desejada

2. Escolha do método

Referente ao método de análise para determinação das espécies químicas

3. Amostragem

É o processo de selecionar e remover uma pequena, representativa e suficiente parte de um todo

4. Pré-tratamento da amostra

A amostra deve ser convertida em uma forma adequada para que a espécie química de interesse seja determinada

5. Testes qualitativos

6. Ensaio quantitativos

7. Avaliação dos resultados

8. Ação

A sequência analítica



1. Definição do problema:

- Folhas amareladas;
- Crescimento retardado.

Possíveis causas: insuficiência de fertilizante nitrogenado, baixo nível de matéria orgânica no solo, elevado nível de matéria orgânica não decomposta no solo, deficiência de molibdênio (Mo), compactação do solo, intensa lixiviação e seca prolongada.

A sequência analítica

2. Escolha do método

- Amostra (tipo de amostra, composição)
- Homogeneidade do analito na amostra
- Elementos ou compostos a serem determinados
- Faixas de concentrações dos analitos
- Quantidade de amostra disponível para análise
- Quantidade de amostra necessária para a determinação
- Requisitos especiais: local de análise, controle de produção

Química
limpa

custo

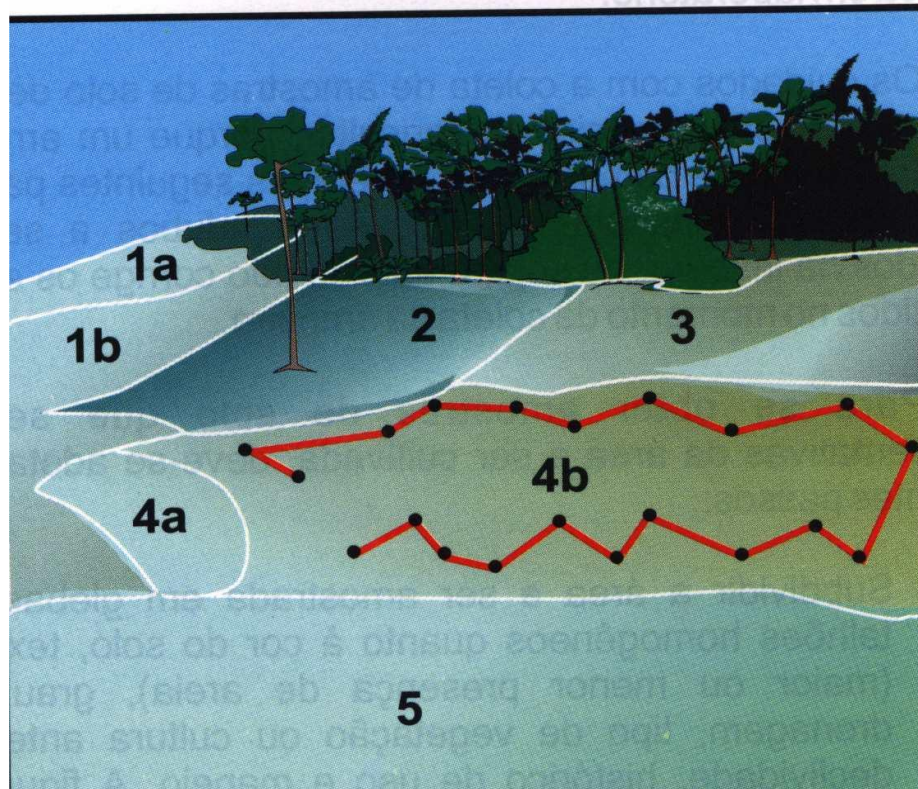
Confiabilidade
metrológica

1 min?

A sequência analítica

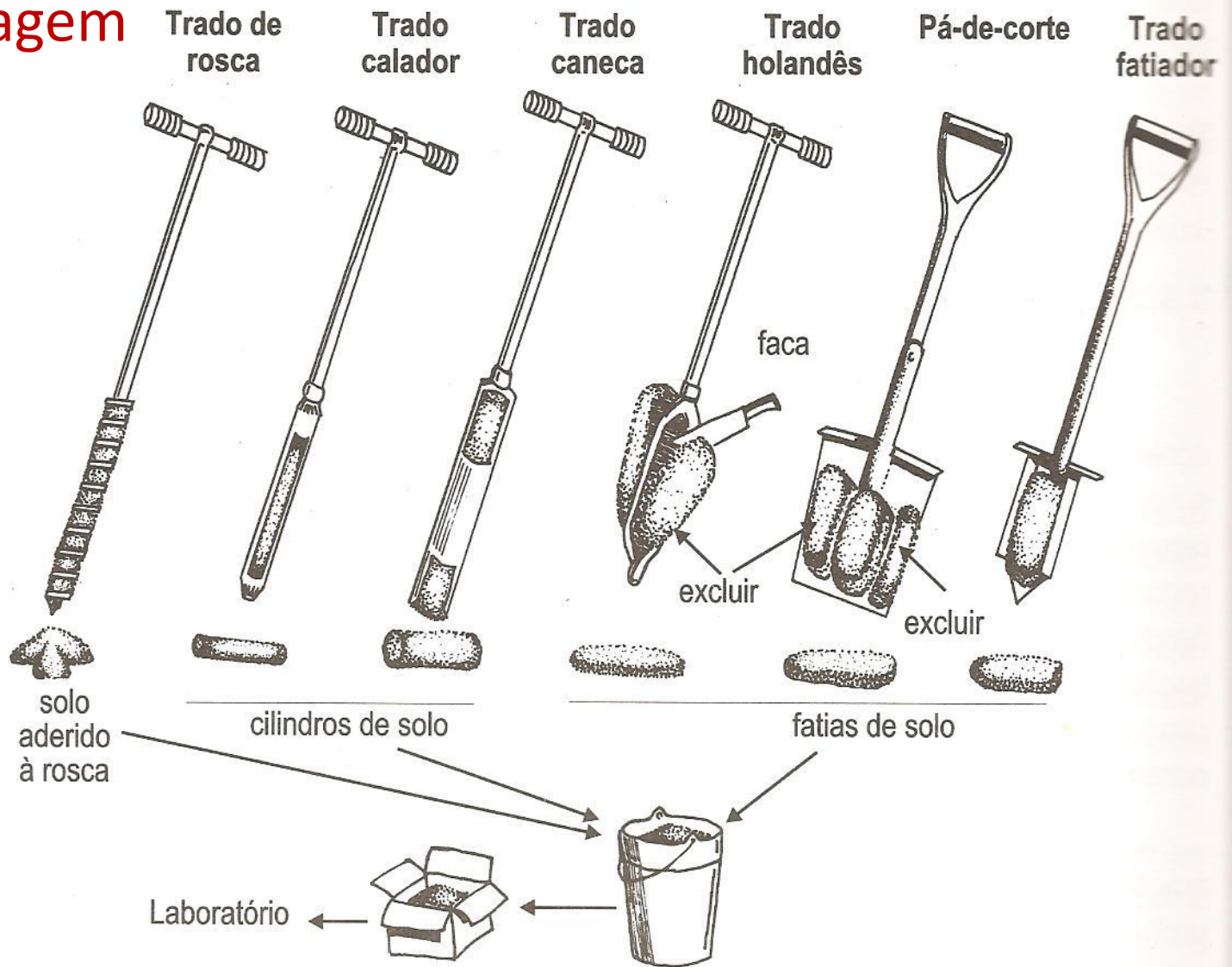
3. Amostragem

Figura 1. Divisão das áreas de amostragem conforme as diferenças no terreno (para cada gleba devem ser coletadas amostras em separado).



Ferramentas

para amostragem de solo



Coleta da amostra

COLETA E PREPARO DE AMOSTRAS DE SOLO



Caminhamento em zig-zag para coleta de 16 a 20 sub-amostras por gleba



Trados, sondas e enxadões são utilizados



Amostragem com trado



Amostragem com enxadão



Homogeneizar e retirar uma amostra



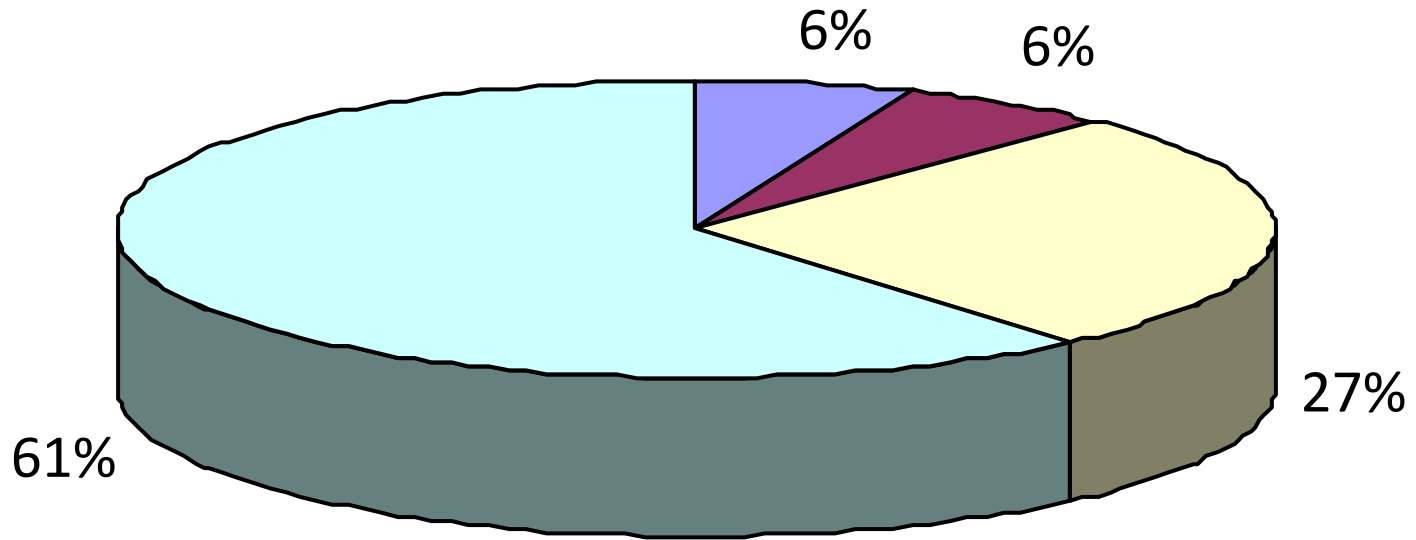
Identificar a amostra

A sequência analítica

4. Pré-tratamento da amostra

- É oportuno observar que, dentre todas as operações analíticas, a etapa de pré-tratamento das amostras é a mais crítica. Em geral, é nesta etapa que se cometem mais erros e que se gasta mais tempo. É também a etapa de maior custo. Por isto, os passos de um procedimento de pré-tratamento de amostra deverão ser sempre considerados cuidadosamente.
- É também a etapa de maior custo.

Tempo



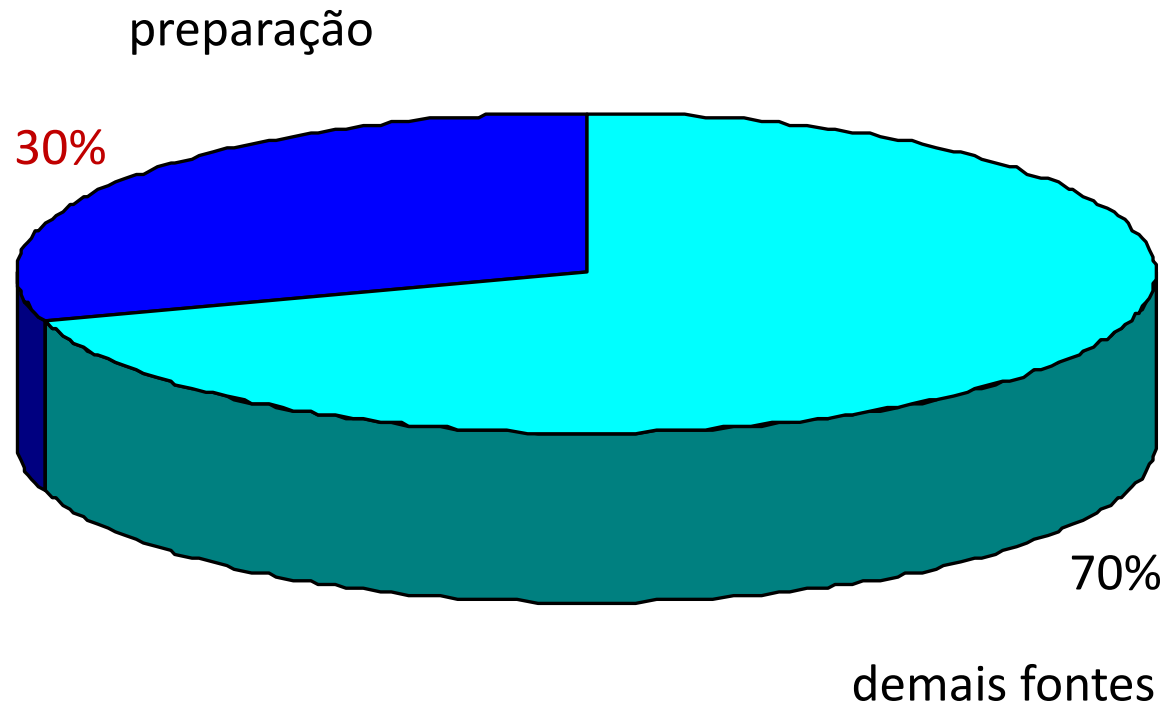
coleta

determinação

tratamento dos dados

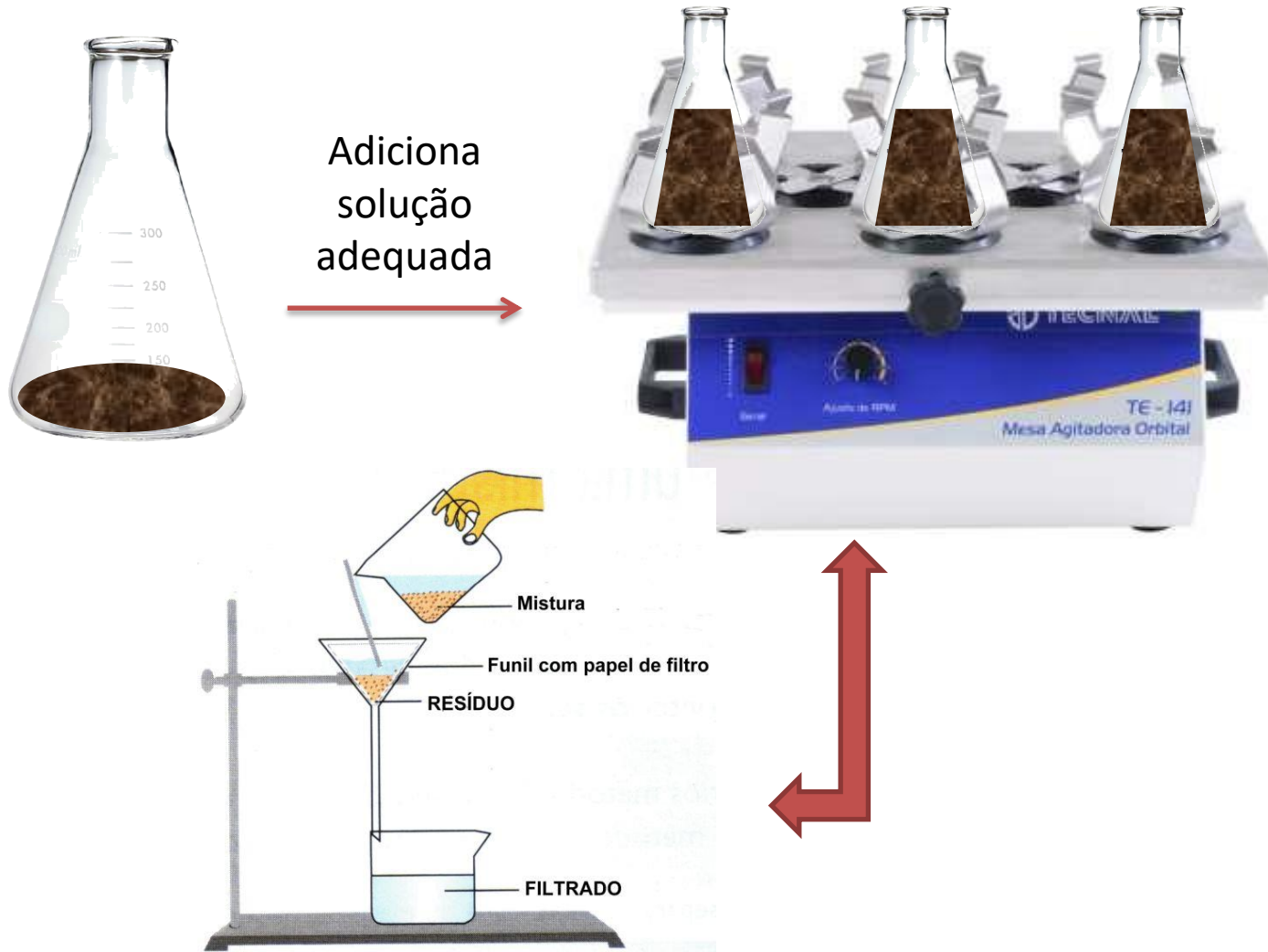
preparação da amostra

Erros Associados



Pré-tratamento

Solubilização (dissolução): a amostra é dissolvida em líquidos adequados sob baixas temperaturas. Transformação direta da amostra em solução.



Pré-tratamento

Decomposição (abertura): a amostra é convertida em uma outra forma com transformação química em altas temperaturas.

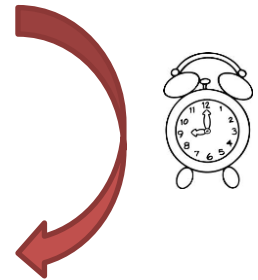


Balão de kjeldhal

Adiciona
solução
adequada



Bloco digestor



Preparo de amostra de

Fertilizante nitrogenado

Procedimento



Balão de kjeldhal
5,0 mL de
fertilizante
nitrogenado com
pipeta
volumétrica

Adicionar 5 mL
 H_2SO_4 concentrado

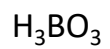
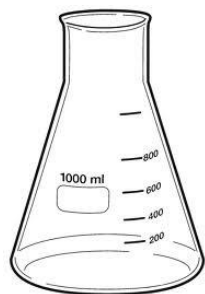


Bloco digestor



Balão volumétrico
de 100 mL,
completar com
água destilada e
homogeneizar





Indicadores:

Vermelho de metila e
Verde de bromocresol



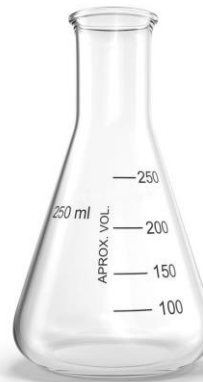
Amostra digerida:

Nitrogênio Orgânico
foi convertido para NH_4^+

Procedimento Experimental



Transferir 10 mL de H_3BO_3
2% (m/v) com indicadores



100 mL de
água destilada

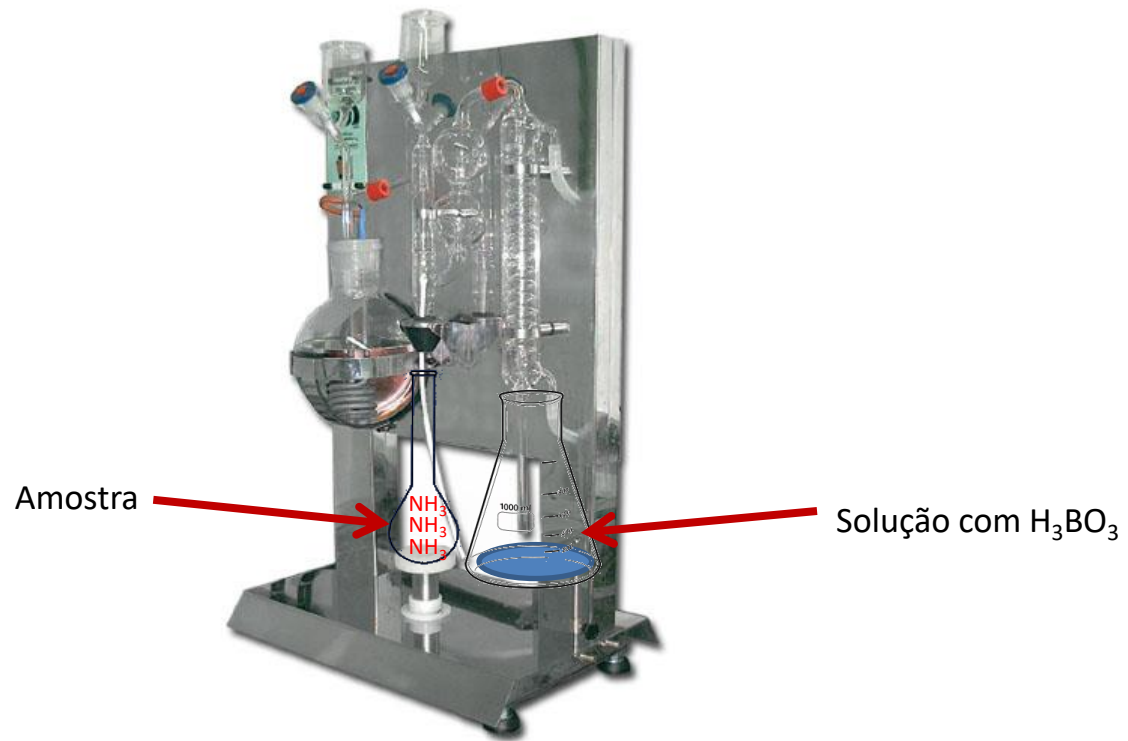
Procedimento Experimental



Transferir 10 mL
do
extrato digerido

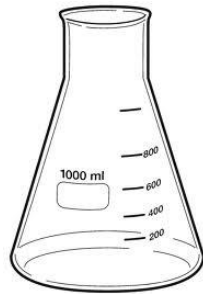
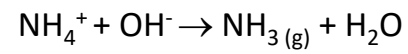


Transferir 20 mL de
NaOH 10% (m/v) -
técnicas

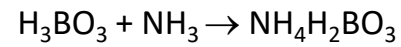




Amostra digerida:
Nitrogênio Orgânico
foi convertido para NH_4^+



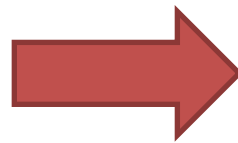
H_3BO_3
Indicadores:
Vermelho de metila e
Verde de bromocresol



Volumetria de Neutralização



H_2SO_4 0,0500 mol L⁻¹



$\text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3$ + indicadores



$\text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3 + \text{H}^+ \rightarrow \text{NH}_4^+ + \text{H}_3\text{BO}_3$