

Métodos Instrumentais de Análise

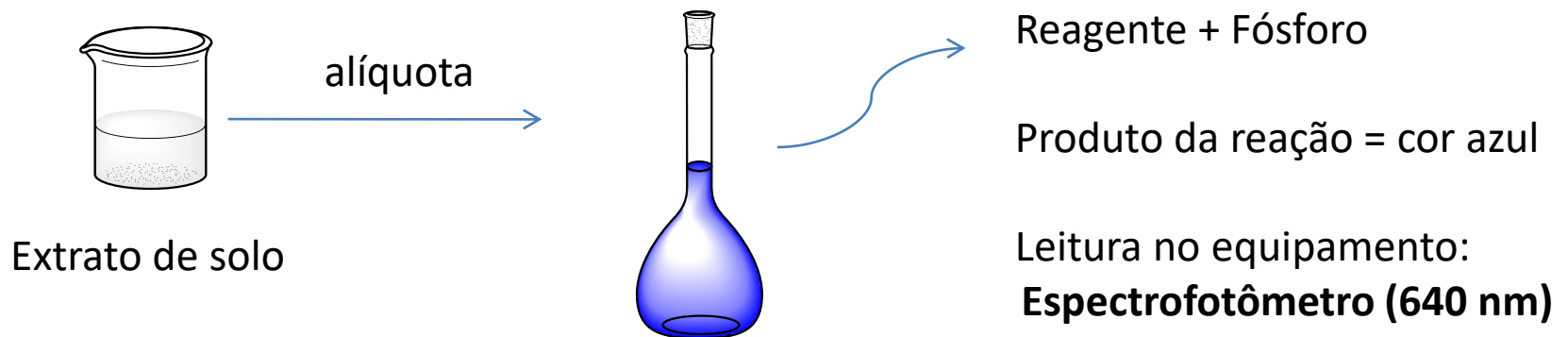
Determinação de Zinco por Espectrofotometria de Absorção Atômica

Etapas de Análise Química

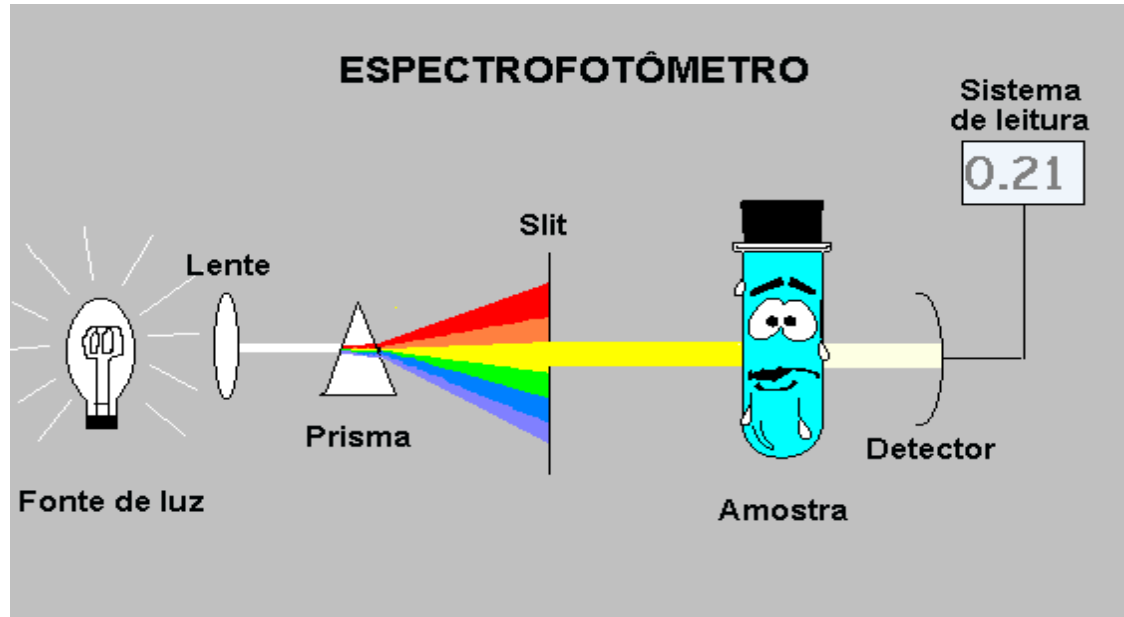
- 1. Coleta de amostra: amostragem;
- 2. Preparo da amostra;
- 3. Preparo do extrato;
- 4. Análise do analito/composto de interesse.
 - Gravimetria;
 - Volumetria;
 - Instrumental ou Físico-químico.

Método Instrumental: utilização de um equipamento- espectrofotometria de absorção molecular (na região do visível)

- Determinação de Fósforo (P- macronutriente) em extrato de solo.



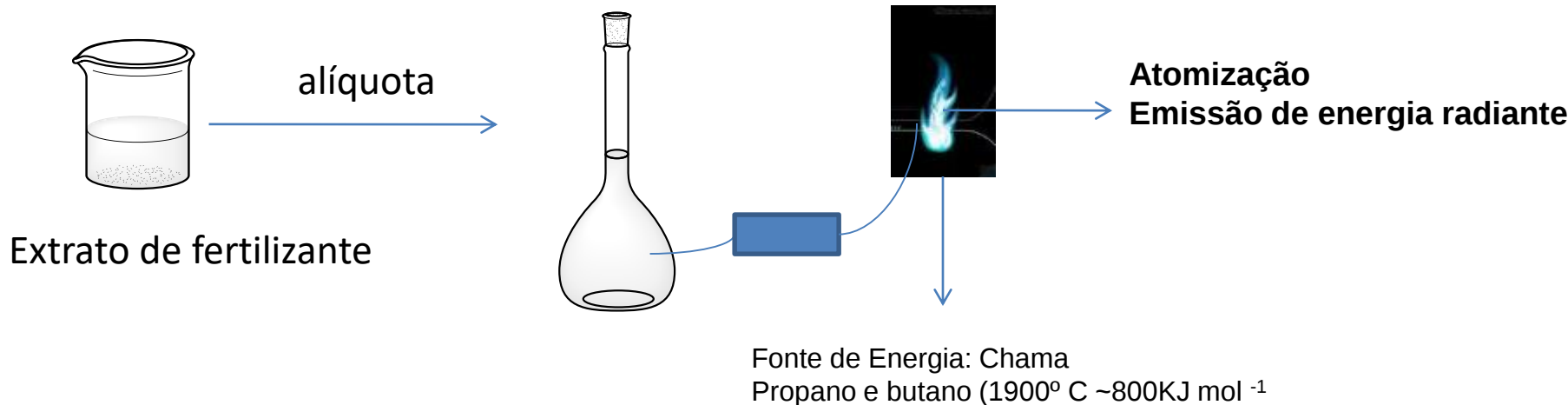
Espectrofotometria de absorção molecular



- Ocorre a nível **molecular** (radiação absorvida por moléculas);
- Excita elétrons da última camada.

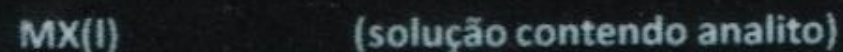
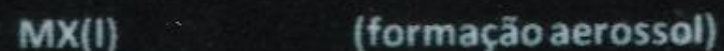
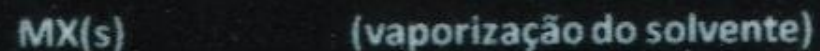
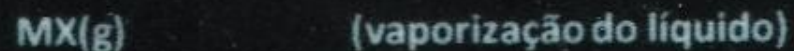
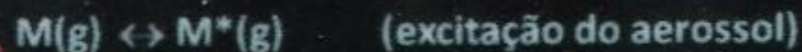
Espectroscopia atômica: fotometria de emissão de chama e espectrometria de absorção atômica

Fotometria de Emissão de Chama: Determinação de Potássio (K-macronutriente) em extrato de fertilizante.



- Ocorre a nível **atômico** (emissão atômica);
- Excita elétrons da última camada, para elementos facilmente excitáveis, com 1 ou 2 elétrons na última camada (Família ou Grupo IA e IIA).

Em direção a chama



Espectroscopia atômica: fotometria de emissão de chama e espectrometria de absorção atômica

- **Aula de Hoje:** Determinação do **Zinco** em fertilizantes por espectrofotometria de absorção atômica.
- **Zinco:** é um **micronutriente** muito importante para o desenvolvimento de funções bioquímicas (regulador de crescimento, hormônios, formação dos pólen, manutenção e integridade das membranas, etc).
- **Sintomas nas plantas:** folhas pequenas com formato distorcido, aglomerações de folhas, ou seja menos qualidade e rendimento.

O Zinco

- Exemplo de fertilizante:



Sulfato de zinco: ZnSO_4

- Formas absorvidas pela planta: Zn^{2+}
- Forma incorporada no metabolismo vegetal: Zn^{2+}

O Zinco

- **Função na planta:** ativação enzimática e inúmeros processos metabólicos (síntese de proteínas, carboidratos, hormônios)
- **Teores médios na planta:** 20 – 50 mg kg⁻¹
- **Deficiência:** reticulado entre as folhas novas



Citrus com deficiência de Zn



Morango com deficiência de Zn



Soja com deficiência de Zn

Espectrometria de absorção atômica

- O princípio fundamental envolve medida da absorção da radiação eletromagnética, por átomos gasosos.
- Muito utilizada para quantificar elementos (metais, semi-metais e alguns não-metais) em diversas amostras (biológicas, ambientais, alimentos, agrárias etc).

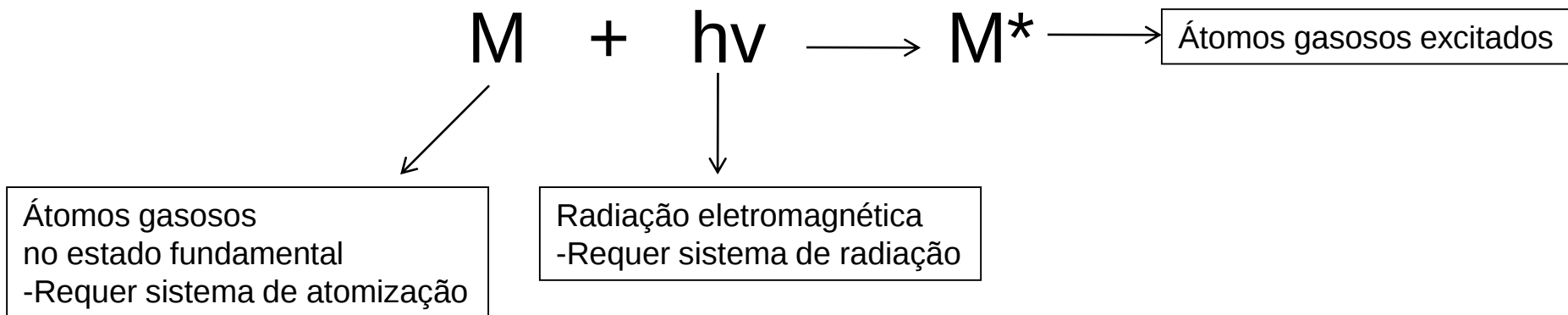
- A fotometria de emissão e a espectrometria de absorção atômica, estão relacionadas-ambas se utilizam de uma chama para atomização.
- **Fotometria de Emissão:**
- Átomos— absorvem energia— átomos excitados---retornam ao estado fundamental — devolvem energia como radiação luminosa (emissão de energia)-MEDIÇÃO NO EQUIPAMENTO.

Espectrometria de Absorção Atômica:

- Na chama---produção de átomos---excitação pela energia emitida por uma fonte de radiação luminosa.

Espectrometria de Absorção Atômica:

- Técnica analítica que se baseia na absorção de radiações nas regiões do ultravioleta visível do espectro eletromagnético por átomos gasosos no estado fundamental.



Atomização com chama

Air/Acetylene only Nitrous oxide/Acetylene only Both flames																		He			
H																	Ne				
Li	Be															B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg															Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr				
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe				
Cs	Ba	La*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn				
Fr	Ra	Ac*																			
*Lanthanides		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Th	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu						
*Actinides		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Db	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr						

- ar/C₂H₂ ~ 30 elementos
- N₂O/C₂H₂ ~ 68 elementos

Atomização com chama

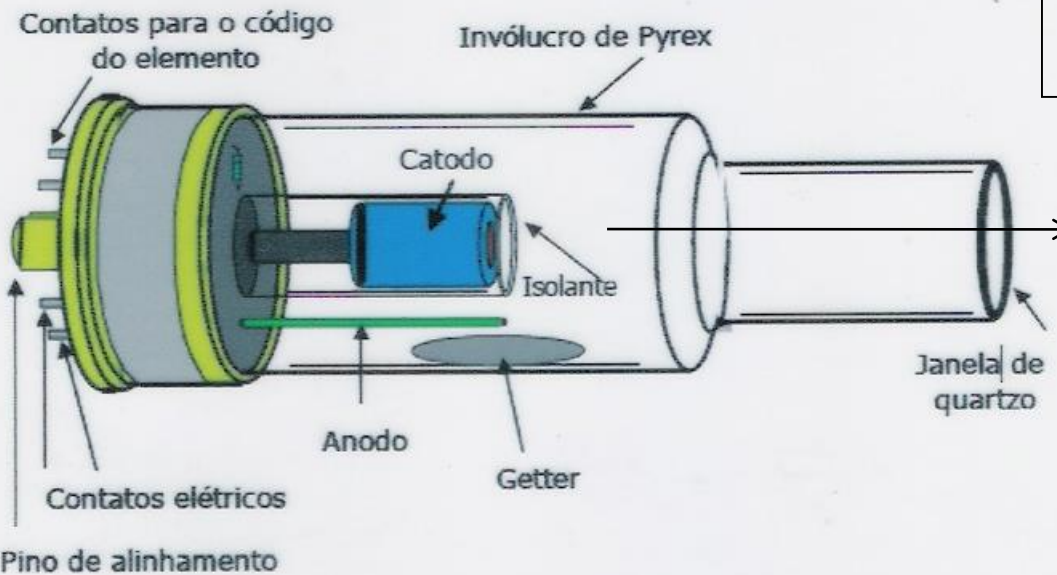
Fuel	Oxidant	Temperatures, °C	Maximum Burning Velocity (cm s ⁻¹)
Natural gas	Air	1700–1900	39–43
Natural gas	Oxygen	2700–2800	370–390
Hydrogen	Air	2000–2100	300–440
Hydrogen	Oxygen	2550–2700	900–1400
Acetylene	Air	2100–2400	158–266
Acetylene	Oxygen	3050–3150	1100–2480
Acetylene	Nitrous oxide	2600–2800	285

Espectrometria de Absorção Atômica:



Átomos gasosos
no estado fundamental
-Requer sistema de atomização

Radiação eletromagnética
-Requer sistema de radiação



Catodo: possui o gás do elemento que vc quer determinar.

Gases nobres que se chocam pela diferença de potencial

Absorve e emite no mesmo Comprimento de onda.

1. Esquema de uma lâmpada de cátodo oco (cortesia Varian)

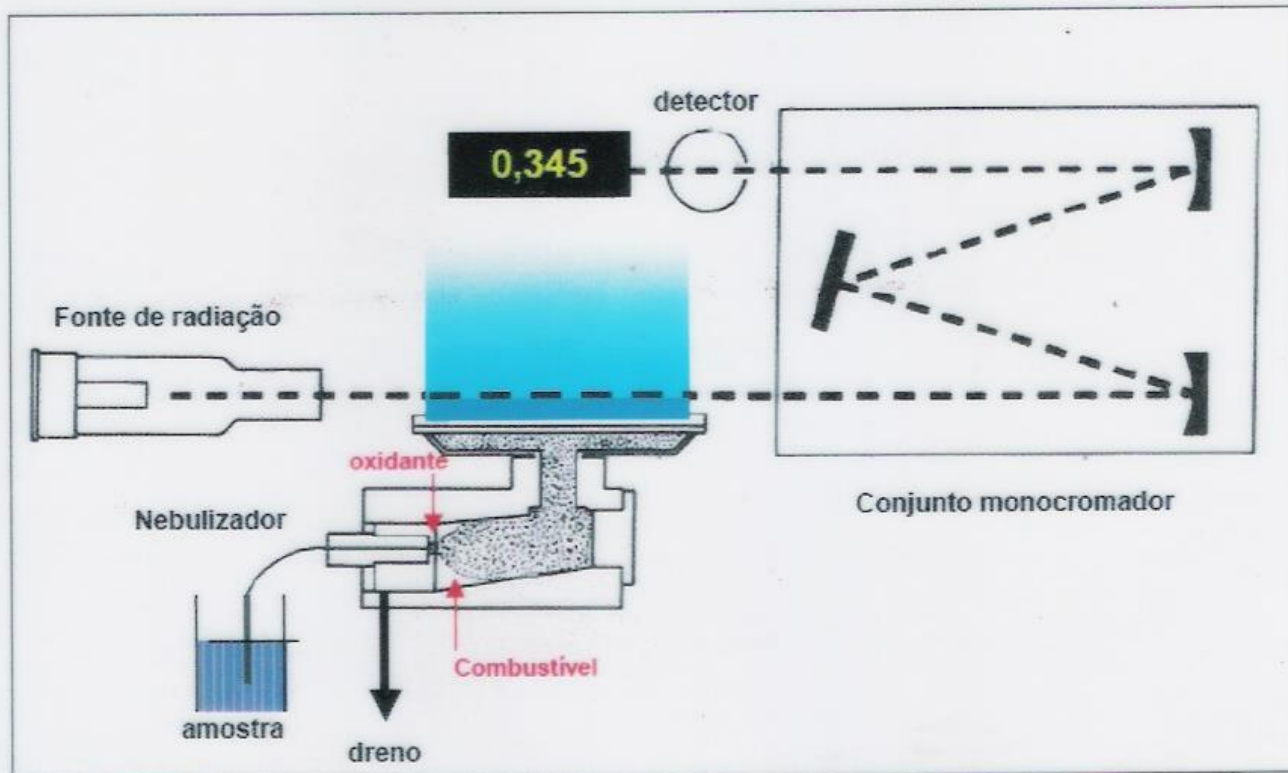
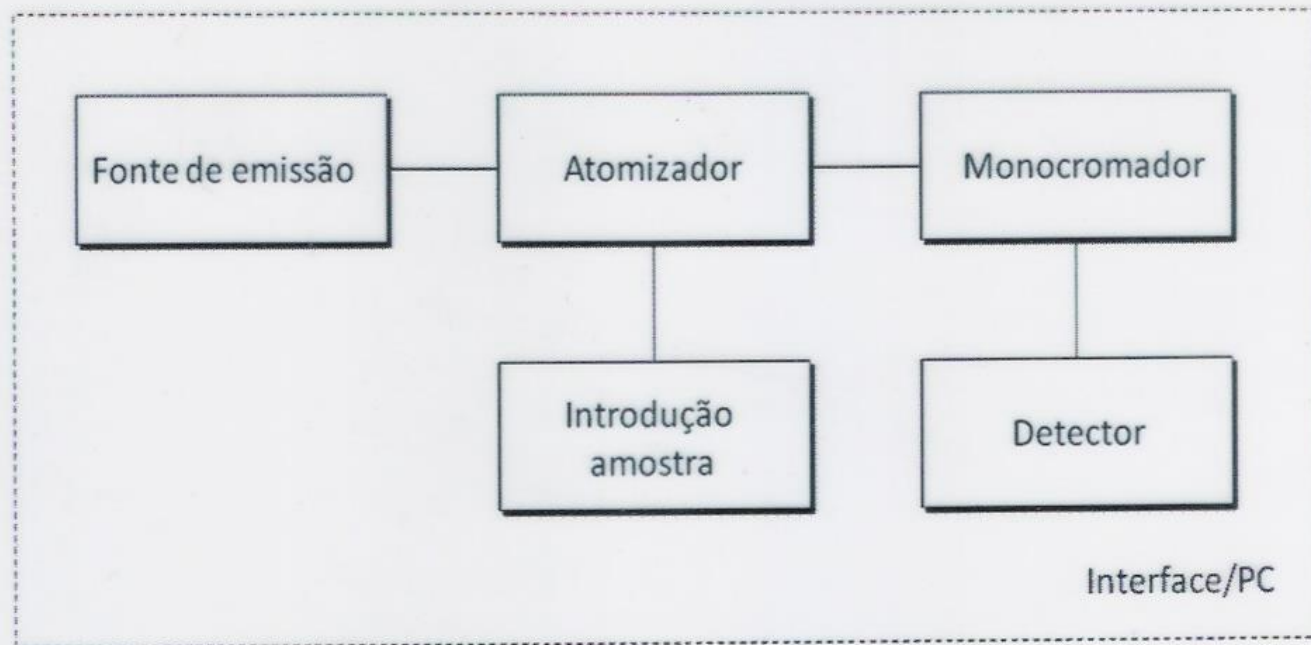
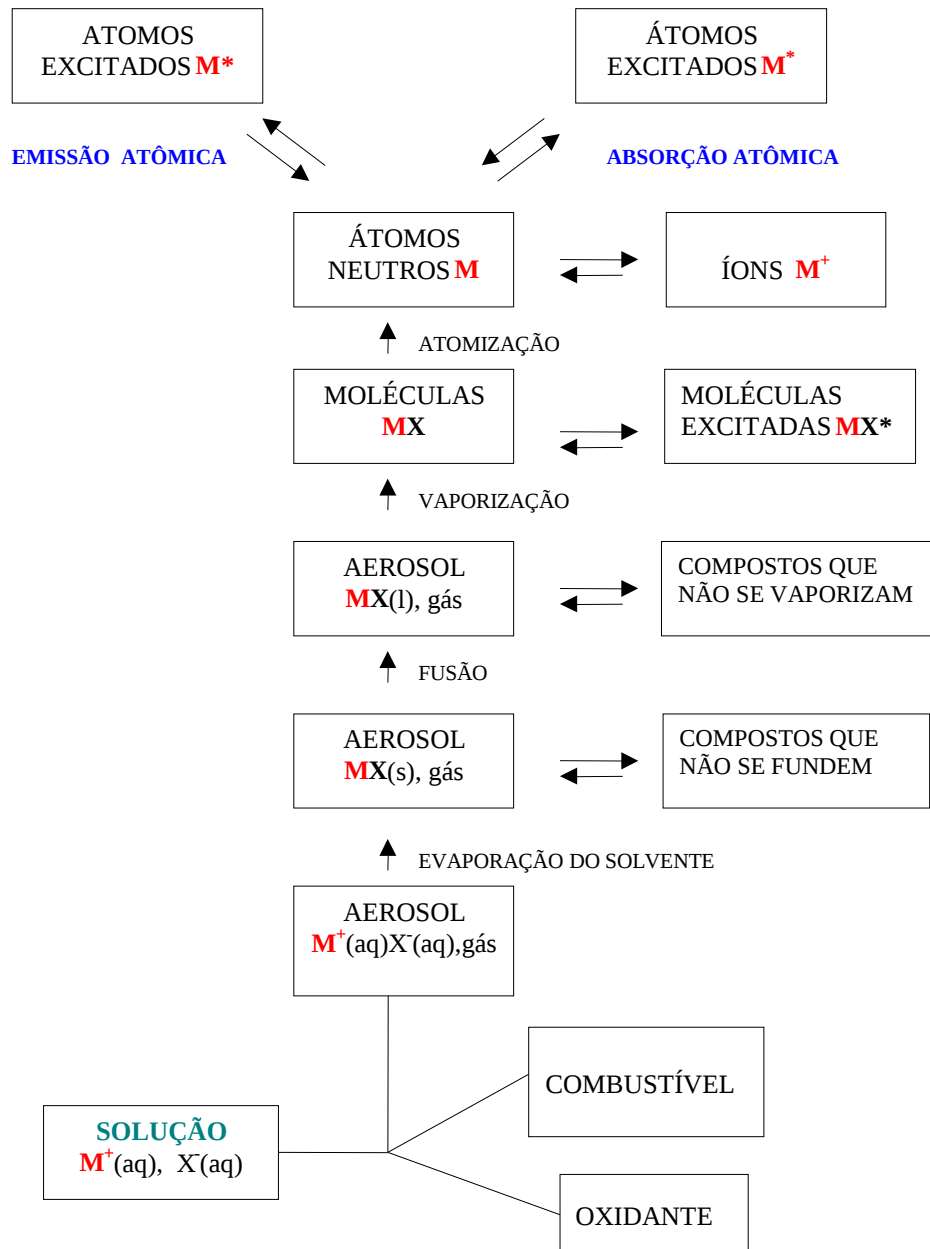


Figura 7. Esquema de espectrômetro de absorção atômica com chama

Monocromador: tem função de selecionar uma determinada linha do espectro de emissão do elemento que está sendo analisado.





Título: Determinação do teor de Zn em fertilizantes por espectrofotometria de absorção atômica.

Procedimentos

1. Estabelecimento da curva analítica:

- 1.1.** Fazer a leitura das soluções padrão de concentração 0; 0,40; 0,80; 1,20 e 1,60 mg L⁻¹ de Zn.
- 1.2.** Observar o traçado da curva no aparelho.
- 1.3.** O resultado apresentado no aparelho será em mg L⁻¹ de Zn.

2. Preparo do extrato (Etapas já realizadas em aula anterior)

2.1. Pesar 0,5000g de amostra de fertilizante, adicionar 125 ml de HCl. Agitar por 15 minutos, e transferir para frasco seco e limpo.

3. Determinação do teor de zinco em amostras de fertilizantes

3.1. Transferir 10 mL do extrato de fertilizante (da aula anterior) com uma pipeta volumétrica para balão volumétrico de 100 mL.

3.2. Completar o volume do balão volumétrico com água destilada e homogeneizar;

3.3. Fazer a leitura da concentração presente no extrato (no balão de 100 mL) em mg L^{-1} após a calibração do aparelho com a curva padrão.

- Resultados

Calcular a porcentagem de Zn presente no fertilizante.

- Aula Prática

