

UNIVERSIDADE SAGRADO CORAÇÃO

VALDEMIR ANTONIO DE CAMARGO RODRIGUES

**DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE FOSFATO EM
AMOSTRAS DE FERTILIZANTES POR
ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO
VISÍVEL**

BAURU
2010

VALDEMIR ANTONIO DE CAMARGO RODRIGUES

**DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE FOSFATO EM
AMOSTRAS DE FERTILIZANTES POR
ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO
VISÍVEL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Centro de Ciências e Exatas e Sociais Aplicadas como parte dos requisitos para obtenção do título de bacharel em Química, sob a orientação do Prof. Ms. Dorival Roberto Rodrigues.

BAURU
2010

R6961d	<p data-bbox="539 1496 1086 1525">Rodrigues, Valdemir Antonio de Camargo</p> <p data-bbox="539 1570 1302 1704">Determinação quantitativa de fosfato em amostras de fertilizantes por espectroscopia de absorção na região do visível / Valdemir Antonio de Camargo Rodrigues – 2010. 44f.</p> <p data-bbox="539 1753 1302 1854">Orientador: Prof. Ms. Dorival Roberto Rodrigues. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Química) - Universidade Sagrado Coração - Bauru - SP.</p> <p data-bbox="539 1899 1302 1966">1. Fósforo. 2. Espectroscopia. 3. Fertilizantes. I. Rodrigues, Valdemir Antonio de Camargo. II. Título.</p>
--------	--

VALDEMIR ANTONIO DE CAMARGO RODRIGUES

**DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE FOSFATO EM AMOSTRAS
DE FERTILIZANTES POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA
REGIÃO DO VISÍVEL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentada ao Centro de Ciências Exatas e Sociais Aplicadas da Universidade Sagrado Coração como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Química sob a orientação do Prof. Ms. Dorival Roberto Rodrigues.

Banca Examinadora:

Prof. Ms. Dorival Roberto Rodrigues
Universidade Sagrado Coração

Prof^a. Dr^a. Márcia Ap. Zeferino Garcia
Universidade Sagrado Coração

Prof. Ms. Dorival José Coral
Universidade Sagrado Coração

Bauru, 07 de Junho de 2010.

Dedico este trabalho,

a DEUS que me abençoou em toda esta jornada,

aos meus pais, que sempre acreditaram em mim,

aos meus irmãos e minha cunhada, que sempre me apoiaram em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por proporcionar-me mais uma conclusão desta etapa da minha vida e por tudo que ele tem feito.

Agradeço aos meus pais, por todos os ensinamentos que eles me proporcionaram, e todo o apoio que somente eles poderão me dar.

Agradeço aos meus irmãos Wagner e Edivaldo, pelo apoio e amizade, e todos os momentos que eles passaram ao meu lado nesse trabalho, também não posso deixar de agradecer minha querida cunhada Gislene, por sempre ter me incentivado nesta jornada acadêmica.

Agradeço a todos os meus professores, desde os tempos da escola, até hoje, todos fazem parte da minha vida e minha história, e sempre me lembrarei deles com carinho.

Agradeço em especial ao meu professor orientador o Ms. Dorival Roberto Rodrigues, pela sua paciência, atenção e dedicação junto a mim neste trabalho.

Agradeço a todos os meus amigos, que ao longo da minha jornada me ajudam sempre, e estiveram comigo em todos os momentos, em especial agradeço aos meus amigos Adilson, Diego, Ortolan e Ulisses, pelo apoio dado neste trabalho para que ele fosse realizado.

“O único lugar onde o sucesso só vem
antes de trabalho é no dicionário”

Albert Einstein

RESUMO

Este trabalho visa demonstrar a grande utilidade da espectroscopia de absorção na região do ultravioleta e visível na determinação dos nutrientes em fertilizantes de jardins, em especial o íon fosfato. São apresentados embasamentos sobre a característica da técnica analítica, bem como seus componentes ópticos instrumentais, a Lei de Beer, processos e espectros de absorção, além de um estudo sucinto sobre o Fósforo, suas funções nas plantas e o uso de fertilizantes no solo. Também são abordadas as dificuldades encontradas na realização das análises de algumas amostras devido a uma série de fatores, além da visualização dos resultados das análises bem sucedidas. Por último os desenvolvimentos de uma prática em laboratório de espectroscopia para a determinação do Fósforo em fertilizantes de jardins encerram este trabalho.

Palavras-chave: Fósforo. Espectroscopia. Fertilizantes.

ABSTRACT

This study demonstrates the usefulness of absorption spectroscopy in the ultraviolet region and visible in the determination of nutrients in fertilizers for gardens, especially phosphate ions. Basements are presented on the characteristics of the analytical technique, as well as its instrumental optical components, Beer's law, processes and absorption spectra and a brief study on the phosphorus and their functions in plants and the use of fertilizers in the soil. It also focuses on the encountered difficulties in analysis of some samples due to a range of factors, and displaying the results of the successful tests. In addition to the progress of the practice in a spectroscopy laboratory for the determination of phosphorus fertilizers in gardens.

Keywords: Phosphorus. Spectroscopy. Fertilizers.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Regiões do espectro eletromagnético.....	14
Figura 2	Espectrofotômetro de feixe único.....	15
Figura 3	Monocromador de rede Czerny-Turner.....	16
Figura 4	Mecanismo de difração.....	17
Figura 5	Cubetas para a região do ultravioleta e visível.....	18
Figura 6	Dados de absorção para cromóforos isolados.....	23
Figura 7	Espectro de absorção do permanganato de potássio em solução aquosa.....	24
Figura 8	Espectrofotômetro de absorção.....	31
Figura 9	Padrões de fosfato.....	34

LISTA DE QUADROS

Quadro 1	Concentração dos padrões em ppm.....	33
Quadro 2	Composição de uma amostra de fertilizante.....	35
Quadro 3	Leituras de Absorvância, curva analítica de calibração 1.....	37
Quadro 4	Leituras de Absorvância, curva analítica de calibração 2.....	39

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1	Curva analítica de calibração para fertilizante A.....	17
Gráfico 2	Curva analítica de calibração para fertilizante B.....	39

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
2	ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA E VISÍVEL.....	14
2.1	Fontes de radiação eletromagnéticas.....	15
2.2	Seletores de comprimentos de ondas.....	16
2.3	Porta amostra.....	17
2.4	Detectores.....	18
2.5	Dispositivo eletrônico.....	18
3	A LEI DE BEER-LAMBERT NA ESPECTROSCOPIA.....	20
3.1	Limitações da lei de beer.....	21
3.2	Processos de absorção.....	21
3.3	Espectros de absorção.....	24
4	FÓSFORO.....	25
4.1	As funções do fósforo nas plantas.....	26
5	O QUE SÃO FERTILIZANTES.....	29
6	O MÉTODO UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DE FOSFATO.....	31
6.1	Método espectrofotométrico.....	31
6.2	Preparo de soluções.....	32
6.2.1	Fosfato ácido de potássio, solução estoque.....	32
6.2.2	Fosfato ácido de potássio, solução de uso.....	32
6.2.3	Sulfo Molibdato, solução 5%.....	32
6.2.4	Solução redutora de Elon.....	33
6.3	Curva padrão.....	33
7	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	35
7.1	Manuseio das amostras.....	35
7.2	Construção da curva analítica de calibração para amostra “A”.....	35
7.2.1	Preparo da amostra “A” e Resultados.....	37
7.3	Construção da curva analítica de calibração para amostra “B”.....	39
7.3.1	Preparo da amostra “b” e Resultados.....	40
8	CONCLUSÃO.....	42
	REFERÊNCIAS.....	43

1 INTRODUÇÃO

A radiação eletromagnética é uma espécie de energia que se desloca em ondas, sem a necessidade de um meio material para sua propagação, sendo que, no vácuo, sua velocidade atinge 300.000 km/s.

Suas propriedades como comprimento de onda, frequência, amplitude e velocidade lhe atribuem um comportamento ondulatório. Entretanto tal energia possui característica dual, tendo em determinados momentos comportamentos de partículas e outros de ondas.

De acordo com Skoog et al. (2008, p. 671) “a radiação eletromagnética é uma forma de energia que é transmitida através do espaço a velocidades enormes”.

Referindo-se ao comportamento de partícula, observa-se que fenômenos de absorção e emissão de energia radiante funcionam como se a radiação eletromagnética se propagasse em “pacotes de energia”, entidades denominadas fótons que não podem ser fragmentadas.

Com base nas características apresentadas pela radiação eletromagnética é que podemos entender suas interações em relação à matéria e determinarmos analiticamente compostos, estruturas e quantificarmos espécies químicas numa análise instrumental.

Segundo Skoog et al. (2008) “os métodos espectrofométricos são baseados na medida da quantidade da radiação produzida ou absorvida pelas moléculas ou pelas espécies atômicas de interesse”.

Como afirma Skoog et al. (2008, p. 675) “os espectroscopistas empregam as interações da radiação com a matéria para obter informações sobre uma amostra. Muitos elementos químicos foram descobertos por meio da espectroscopia”.

Em virtude da relação entre a radiação eletromagnética e a química analítica, muitos estudos e desenvolvimentos de modelos espectroscópicos foram feitos e empregados para a determinação de várias estruturas moleculares.

A espectroscopia desempenhou um importante papel no desenvolvimento da teoria atômica moderna, e tem sido a ferramenta mais utilizada na explicação de estruturas moleculares e na determinação quanti e qualitativa de compostos orgânicos e inorgânicos. (SKOOG et al., 2008).

Este trabalho visa à determinação quantitativa do íon fosfato em amostras de fertilizantes de jardins, a fim de se comparar os valores fornecidos nas embalagens pelos fabricantes com a real quantidade encontrada nas amostras através da técnica de Espectroscopia de absorção na região do ultravioleta e visível. Este íon é usado principalmente na produção mundial de fertilizantes e adubos. O parque industrial de

fosfatados brasileiro ocupa a 8ª colocação dentre os produtores mundiais de concentrado de rocha com 3,4% de participação, produzindo ainda ácido fosfórico, produtos intermediários para fertilizantes, além de outros insumos da complexa indústria de fertilizantes. (SOUZA, 2001).

O fósforo (P) é um dos dezesseis elementos essenciais à nutrição das plantas e um dos três macronutrientes primários. É absorvido do solo através das raízes nas formas de íons H_2PO_4^- e HPO_4^{2-} . (BRAGA, 2010).

O fósforo é um componente vital da célula, sem fósforo não há vida. Ele tem muitas funções na planta: estimula o crescimento e a formação do sistema radicular no início do desenvolvimento, estimula a maturação e ajuda na formação das sementes.

A análise instrumental será feita pelo uso de um espectrofotômetro de ultravioleta e visível, modelo Femton 800 XI disponível no laboratório de química da Universidade Sagrado Coração.

2 ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA E VISÍVEL

Atualmente existem vários modelos de espectrofotômetros disponíveis no mercado dos mais diversos preços e necessidades e alguns são projetados para cobrir a região do ultravioleta e do visível, que se estende de 165 até 1000 nm.

O espectrofotômetro consiste num aparelho para análise instrumental de caráter quali e quantitativo de espécies químicas através do uso da radiação eletromagnética.

Os espectrofotômetros para a região do visível e ultravioleta geralmente cobrem um alcance de 165 a 1000 nm. (EWING, 1972).

Nome	Limites de comprimento de onda		Limites de frequência, Hz**	Limites de número de onda, cm ⁻¹ **
	Unidades usuais	Metros		
Raios X	10 ⁻² –10 ² Å	10 ⁻¹² –10 ⁻⁸	10 ²⁰ –10 ¹⁶	
Ultravioleta afastado	10–200 nm	10 ⁻⁸ –2 × 10 ⁻⁷	10 ¹⁶ –10 ¹⁵	
Ultravioleta próximo	200–400 nm	2 × 10 ⁻⁷ –4,0 × 10 ⁻⁷	10 ¹⁵ –7,5 × 10 ¹⁴	
Visível	400–750 nm	4,0 × 10 ⁻⁷ –7,5 × 10 ⁻⁷	7,5 × 10 ¹⁴ –4,0 × 10 ¹⁴	25.000–13.000
Infravermelho próximo***	0,75–2,5 μ	7,5 × 10 ⁻⁷ –2,5 × 10 ⁻⁶	4,0 × 10 ¹⁴ –1,2 × 10 ¹⁴	13.000–4.000
Infravermelho médio***	2,5–50 μ	2,5 × 10 ⁻⁶ –5,0 × 10 ⁻⁵	1,2 × 10 ¹⁴ –6,0 × 10 ¹²	4.000–200
Infravermelho afastado***	50–1000 μ	5,0 × 10 ⁻⁵ –1 × 10 ⁻³	6 × 10 ¹² –10 ¹¹	200–10
Microondas	0,1–100 cm	1 × 10 ⁻³ –1	10 ¹¹ –10 ⁸	10–10 ⁻²
Ondas de rádio	1–1000 m	1–10 ³	10 ⁸ –10 ⁵	

*A omissão de um fator numérico é devida à precisão da delimitação da região não permitir um grande número de algarismos significativos.
 **Calculado de $\nu = c/\lambda$, onde $c = 3,0 \times 10^8$ m/s.
 ***Os limites para a subdivisão do infravermelho seguem as recomendações da *Triple Commission for Spectroscopy; J. Opt. Soc. Am., 52: 476 (1962).*

Figura 1 – Regiões do espectro eletromagnético

Fonte: EWING, 1972, p. 7.

Formam um aparelho de espectrofotometria de absorção UV/VIS cinco partes fundamentais:

- 1 - Uma fonte de Radiação eletromagnética
- 2 - Um seletor de comprimento de onda
- 3 - Um porta amostra
- 4 - Um detector de radiação
- 5 - Um dispositivo para medir a magnitude do sinal elétrico

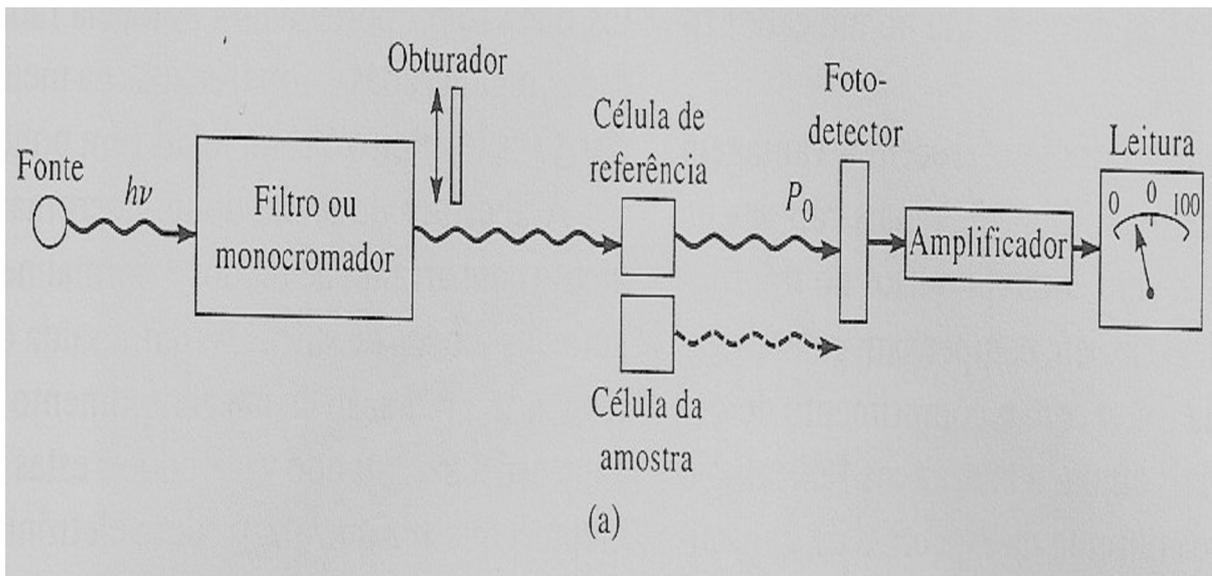


Figura 2- Espectrofotômetro de feixe único
Fonte: SKOOG et al., 2002, p. 289.

2.1 FONTES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA

As fontes de radiação eletromagnética geralmente são lâmpadas de um elemento químico capaz de emitir radiação eletromagnética de maneira eficiente e contínua.

Segundo Ohlweiler (1981, p. 70) “A fonte de radiação contínua deve cobrir toda ou, pelo menos, uma parte substancial da região espectral de operação do instrumento”.

Como afirma Ewing (1972, p. 15) “de um ponto de vista puramente físico é conveniente classificar as fontes de acordo com o fato de elas produzirem espectros contínuos ou descontínuos”.

As fontes de radiação eletromagnética num instrumento de espectroscopia operam especialmente na região do visível e outras na região do ultravioleta.

As fontes mais usuais são as lâmpadas com filamentos de tungstênio, cobrindo uma faixa que vai de 320 a 2500nm a uma temperatura de 2900k. (SKOOG et al., 2008).

Uma fonte contínua no ultravioleta pode ser obtida com uma descarga em gás de alta pressão como, por exemplo, descargas contínuas de deutério, obtendo-se faixas no ultravioleta, abrangendo comprimentos de onda menores que 300 nm. (EWING, 1972).

2.2 SELETORES DE COMPRIMENTOS DE ONDA

Seletores de comprimentos de onda, também conhecidos como monocromadores, são instrumentos que restringem a radiação que está sendo emitida pela fonte, a fim de melhorar a seletividade e sensibilidade do instrumento.

Para Ohlweiler (1981, p. 75) “Os monocromadores servem para resolver uma radiação complexa em seus comprimentos de onda e então, separar uma estreita faixa espectral”.

Estes dispositivos podem possuir uma grade de difração para dispersar a radiação em vários comprimentos de onda, estas grades possuem minúsculas ranhuras com tamanhos exatos a fim de separar a radiação em diferentes ângulos, podendo assim direcionar somente aquele de interesse para a amostra. Além disso, possuem espelhos côncavos para focalizar os feixes de entrada com a grade e os de saída com a amostra. Antigamente eram utilizados prismas para este mesmo propósito.

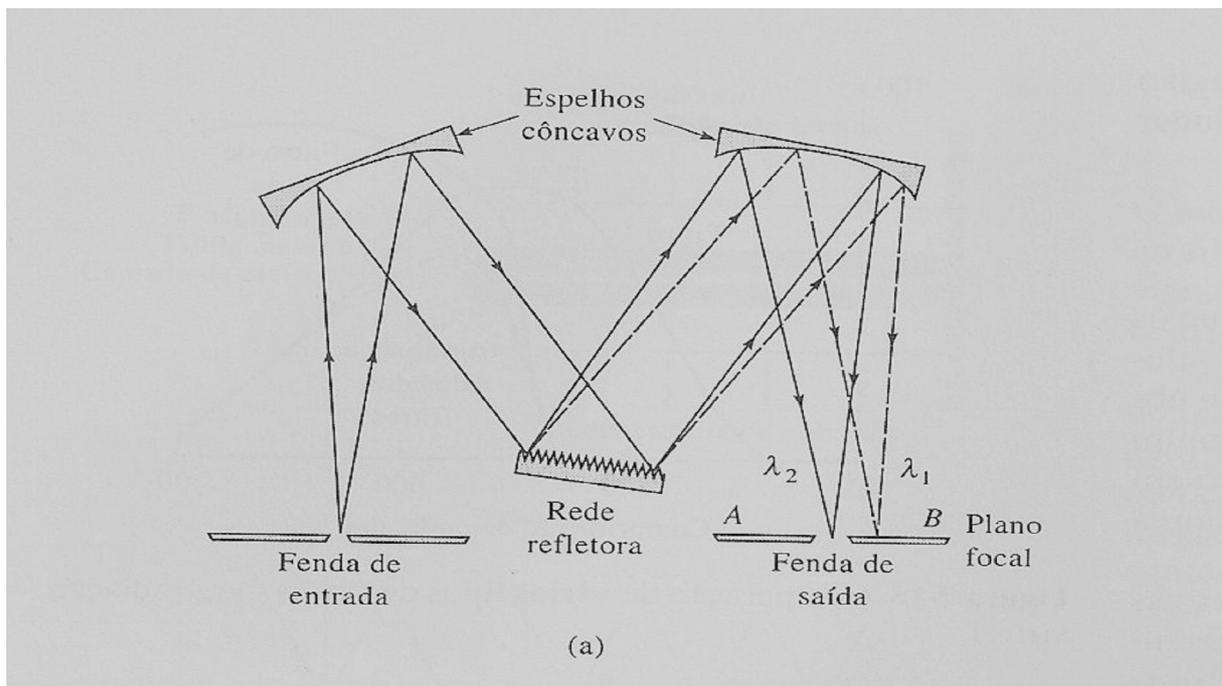


Figura 3 – Monocromador de rede Czerny-turner

Fonte: SKOOG et al., 2002, p. 152.

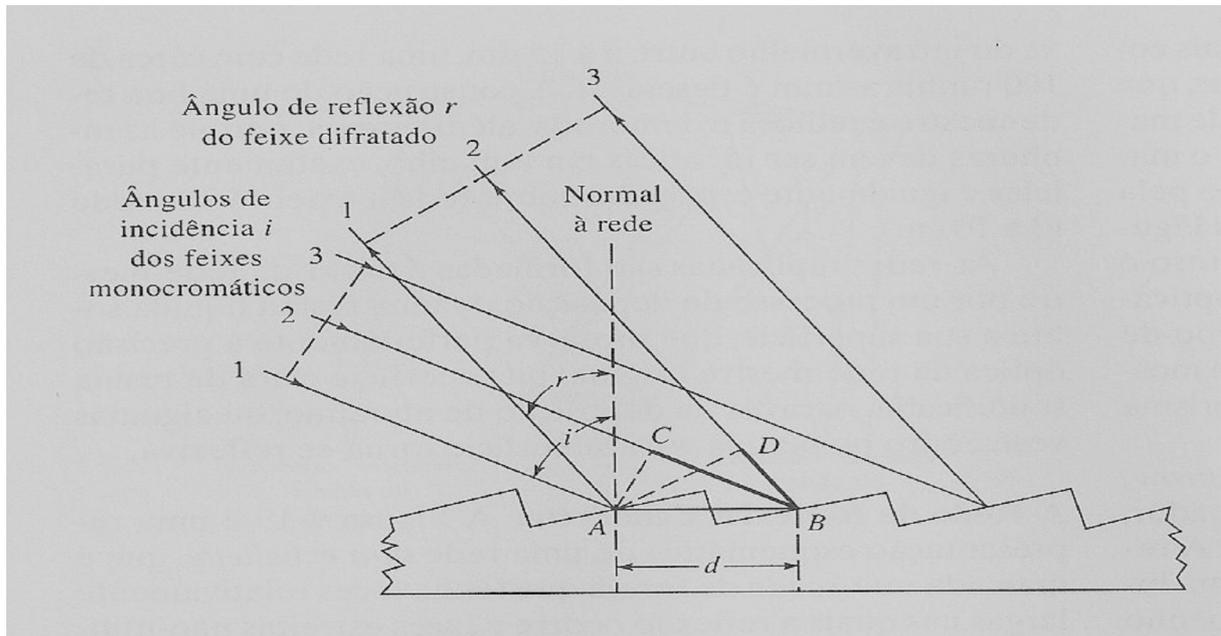


Figura 4 – Mecanismo de difração
Fonte: SKOOG et al., 2002, p. 154.

2.3 PORTA AMOSTRA

Também conhecidas como células ou cubetas, servem como recipiente para as amostras, e devem ser de característica transparente, forma e tamanho apropriados. Devem ser produzidas de material que permita com que radiação passe livremente, e há necessidade de extremo cuidado para manusear as cubetas uma vez que os resquícios de impressões digitais, gorduras e sujeiras podem comprometer a transmissão.

Na espectroscopia de UV/VIS o uso de células ou cubetas de quartzo ou sílica fundida é o mais comum; o vidro silicato e células de plástico também são boas opções devido ao seu baixo custo. (SKOOG et al., 2008).

“As células de melhor qualidade têm janelas que são perpendiculares à direção do feixe de forma que minimize as perdas por reflexão”. (SKOOG, 2008, p. 728).

Para Silverstein (1994, p. 267) “As células utilizadas na determinação de espectros em solução possuem um caminho óptico que varia de 1cm até 10 cm”.

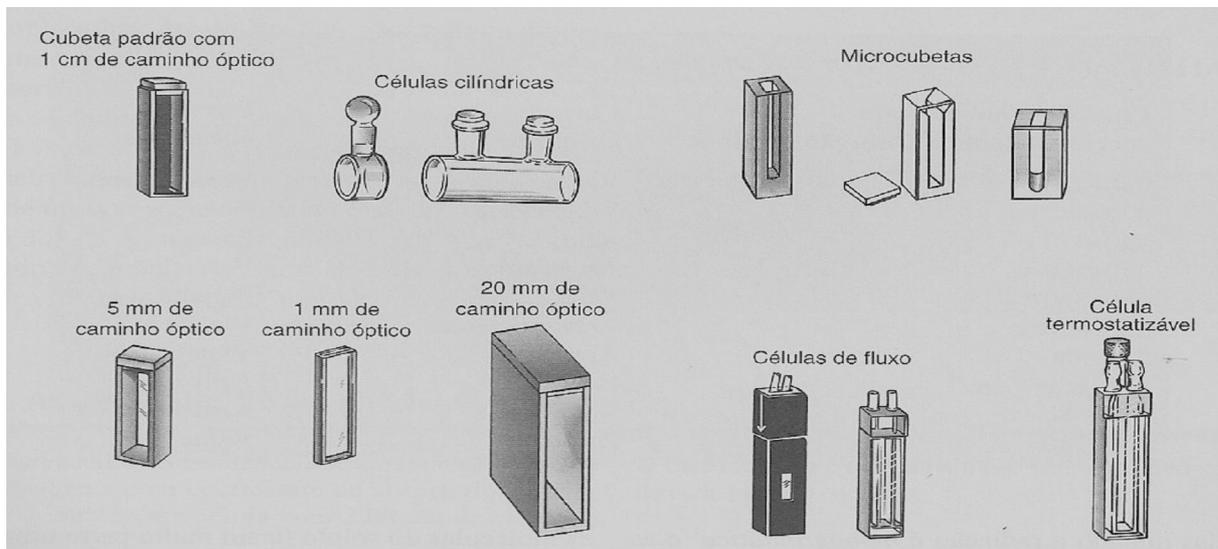


Figura 5 – Cubetas para a região do ultravioleta e visível
Fonte: THOMAS apud HARRIS, 2005, p. 404.

2.4 DETECTORES

Atualmente existem diversos tipos de detectores empregados na espectroscopia, cada um possui seu próprio princípio de funcionamento, fototubos, tubos fotomultiplicadores, fotodiodos de silício, células fotocondutivas entre outros, porém todos com a mesma função.

Os detectores devem converter a energia radiante transmitida em um sinal elétrico, e deve ser bastante sensível para baixos níveis de potência radiante, responder rapidamente, produzir um sinal elétrico que possa ser ampliado e apresentar ruído relativamente fraco. (OHLWEILER, 1981).

Para Skoog et al. (2008, p. 719) “[...] um detector é um dispositivo que indica a existência de algum fenômeno físico”.

“A resposta de um detector é uma função do comprimento de onda da radiação incidente”. (HARRIS, 2005, p. 462).

2.5 DISPOSITIVO ELETRÔNICO

Atualmente usa-se como dispositivo eletrônico mensurado para a leitura das amostras no UV/VIS um computador acoplado ao aparelho para a conversão do sinal elétrico do detector em gráficos e números de absorvância por comprimento de onda.

Para Skoog et al. (2008, p. 727) “[...] um processador de sinal ordinariamente é um dispositivo eletrônico que amplifica o sinal elétrico proveniente de um detector [...]”.

Os processadores de sinais também podem efetuar operações matemáticas no sinal, como diferenciação, integração ou conversão logarítmica. Vários tipos destes dispositivos são encontrados nos aparelhos modernos. (SKOOG, 2008).

3 A LEI DE BEER-LAMBERT NA ESPECTROSCOPIA

A lei de Beer-Lambert ou lei de Beer faz uma relação entre a energia da radiação emitida pela fonte e a energia de radiação eletromagnética absorvida pela amostra em função do caminho óptico e da concentração do analito, em que absorvância é diretamente proporcional à concentração da espécie química.

A lei de absorção nos fala quantitativamente como a grandeza da atenuação de intensidade incidente depende necessariamente da concentração das moléculas absorventes e da extensão do caminho pelo o qual ocorre a absorção. (SKOOG, 2008).

Expressa pela equação matemática:

$$A = a b c \quad \text{ou} \quad A = \Sigma b M$$

Onde:

A: absorvância

a: absortividade

b: comprimento do caminho óptico

c: concentração

Σ : absortividade molar, utilizada por convenção quando b é medido em cm e c em mol.L⁻¹

M: molaridade do analito

Quando se expressa a concentração em mol.L⁻¹ e b em centímetros a constante é chamada de absortividade molar expressa por (Σ). A absortividade molar, no entanto, é uma função de certas variáveis, como o tipo do solvente utilizado, a concentração da solução e a temperatura.

Assim Σ é a absorvância de uma solução nas concentrações de 1 mol.L⁻¹ em uma cubeta de 1 cm. Os valores da absorvância de espectros distintos podem ser comparados entre si, mesmo em concentrações diferentes para alcançar duas curvas espectrais. (SHRINER et al., 1983).

Para Ewing (1972, p. 50) “A lei de Beer indica que a absortividade é uma constante independente da concentração, comprimento do percurso e intensidade da radiação incidente”.

Caso o caminho óptico não estiver em cm e a concentração em mol.L⁻¹, alteramos ‘ Σ ’ para ‘a’.

É importante observar que a absorvância é uma propriedade da substância, enquanto a absorvância é uma propriedade da amostra e variará em relação à espessura do caminho óptico e sua concentração. (EWING, 1972).

3.1 LIMITAÇÕES DA LEI DE BEER

Existem algumas limitações à lei de Beer que causam desvios na relação entre absorvância e concentração. Esses desvios são representados como limitações reais da lei de Beer. Também podem ocorrer desvios instrumentais resultantes do método que é utilizado para efetuar as absorvâncias e desvios químicos resultantes das interações químicas que ocorrem com o analito.

A lei de Beer rege o comportamento da absorção somente para soluções diluídas e para radiações monocromáticas, sendo nesse sentido, uma lei limite. Para concentrações que excedam $0,01\text{mol.L}^{-1}$, a distância entre as moléculas da espécie absorvente diminui a um ponto que afeta a distribuição de carga de cada partícula, e assim a extensão de absorção de todas as outras vizinhas. Uma vez que essa extensão depende da concentração, este fenômeno causa desvios da relação linear entre a absorvância e a concentração. (SKOOG, 2008).

Para Skoog et al. (2008, p. 689) “[...] os desvios da lei de Beer aparecem quando a espécie absorvente sofre associação, dissociação ou reação com o solvente para gerar produtos que absorvam de forma diferente do analito”.

Também podemos destacar que a luz incidente, em uma análise real não é monocromática a que faz com que a análise seja acompanhada de uma pequena porcentagem de erro.

3.2 PROCESSOS DE ABSORÇÃO

Para um composto poder ser analisado por espectrofotometria, ele deverá absorver a luz num certo comprimento de onda, e essa absorção deve ser diferente das outras substâncias presentes na amostra. Como a maioria das substâncias absorve radiação ultravioleta, os espectros nesta região tendem a ser inconclusivos, e as análises geralmente ficam na faixa do visível. (HARRIS, 2005)

Para Silverstein et al. (1994, p. 263) “há uma vantagem na seletividade da absorção no ultravioleta: grupos característicos podem ser reconhecidos em moléculas de complexidade bastante variável”.

Quando uma molécula absorve energia através de um fóton ela é promovida a um *estado excitado* de maior energia, quando ela perde parte desta energia, essa que é emitida na forma de luz denominada de fóton, sua energia diminui a uma quantidade igual à energia do fóton. O fóton é uma forma de energia quantizada que não pode ser fragmentada.

“A absorção da energia radiante nas regiões do espectro visível e ultravioleta depende primeiramente do número e arranjos dos elétrons nas moléculas ou íons absorventes”. (EWING, 1972, p. 42).

Quando a amostra encontra-se em seu estado fundamental ou de menor energia e interage com a radiação eletromagnética algumas espécies absorvem essa energia na forma de fóton e sofrem um salto quântico para seu estado excitado ou de maior energia; assim conseguimos então informações sobre quanto de energia esse analito absorveu e assim obtermos informações quantitativas sobre esta espécie.

Essa intensidade da absorção pode ser descrita através da equação matemática onde transmitância (T) é definida pela intensidade de radiação emitida da amostra sobre a intensidade de energia radiante incidente multiplicada por 100.

$$T = \frac{P}{P_0} \times 100, \text{ onde:}$$

T: Transmitância

P₀: Intensidade de energia radiante que incide na amostra.

P: Intensidade de radiação que emerge da amostra.

Que também pode ser representada em escala logarítmica pela equação:

$$A = - \log T$$

A: Absorvância

T: Transmitância (valores entre zero e 1)

Para compostos que possuam duplas ligações e duplas conjugadas, a absorção ocorre fortemente na região do visível e ultravioleta. Assim quanto maior for o sistema de duplas, maiores serão os comprimentos de onda em que ocorrem as absorções.

Se um sistema se estende suficientemente longe, a absorção na estrutura molecular ocorrerá região do visível o que resulta em cor. Assim duplas ligações conjugadas absorvem fortemente e, portanto este sistema conjugado completo em um composto é denominado grupo cromóforo. (EWING, 1972)

Para Silverstein et al. (1994, p. 265) “Cromóforo: É um sistema insaturado covalente, responsável pela absorção eletrônica (por exemplo, C=C, C=O, ou NO₂)”.

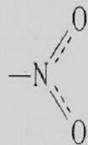
Grupo cromóforo	Sistema	Exemplo	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max}	Transição	Solvente
Etileno	RCH=CHR	Etileno	165 193	15.000 10.000	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	Vapor
Alquino	R-C≡C-R	Acetileno	173	6.000	$\pi \rightarrow \pi^*$	Vapor
Carbonila	RR ₁ C=O	Acetona	188 279	900 15	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	n-Hexano
Carbonila	RHC=O	Acetaldeído	290	16	$n \rightarrow \pi^*$	Heptano
Carboxila	RCOOH	Ácido acético	204	60	$n \rightarrow \pi^*$	Água
Amida	RCONH ₂	Acetamida	<208		$n \rightarrow \pi^*$	
Azometino	>C=N-	Acetoxima	190	5.000	$\pi \rightarrow \pi^*$	Água
Nitrila	-C≡N	Acetonitrila	<160		$\pi \rightarrow \pi^*$	
Azo	-N=N-	Azometano	347	4,5	$n \rightarrow \pi^*$	Dioxano
Nitroso	-N=O	Nitroso-butano	300 665	100 20		Éter
Nitrato	-ONO ₂	Nitrato de metila	270	12	$n \rightarrow \pi^*$	Dioxano
Nitro		Nitro-metano	271	18,6	$n \rightarrow \pi^*$	Álcool
Nitrito	-ONO	Nitrito de amila	218,5 346,5 ^a	1.120	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	Éter de petróleo
Sulfóxido		Ciclo-hexil-metil-sulfóxido	210	1.500		Álcool
Sulfona		Dimetil-sulfona	<180			

Figura 6 – Dados de absorção para cromóforos isolados

Fonte: GILLAM AND STERN apud SILVERSTEIN, 1994, p. 269.

3.3 ESPECTROS DE ABSORÇÃO

Um espectro de absorção é um gráfico que faz uma relação entre a absorvância versus o comprimento de onda ou frequência. (SKOOG, 2008)

Silverstein et al. (1994, p. 263) menciona que “um espectro de ultravioleta obtido diretamente de um instrumento nada mais é do que um gráfico de comprimento de onda (ou de frequência) versus a intensidade da absorção (absorvância ou transmitância)”.

Segundo Skoog et al. (2008, p. 684) “[...] muitos espectrofotômetros modernos de varredura produzem espectros de absorvância diretamente”.

A representação gráfica dos espectros de absorção pode ser feita de modos diferentes, usando-se em todos eles os valores dos comprimentos de onda em abscissas, mas podendo-se escolher diferentes ordenadas.

Com o avanço da tecnologia computadores cada vez mais modernos nos fornecem espectros, de absorção de amostras com muita propriedade e facilitam o trabalho dos químicos em suas análises.

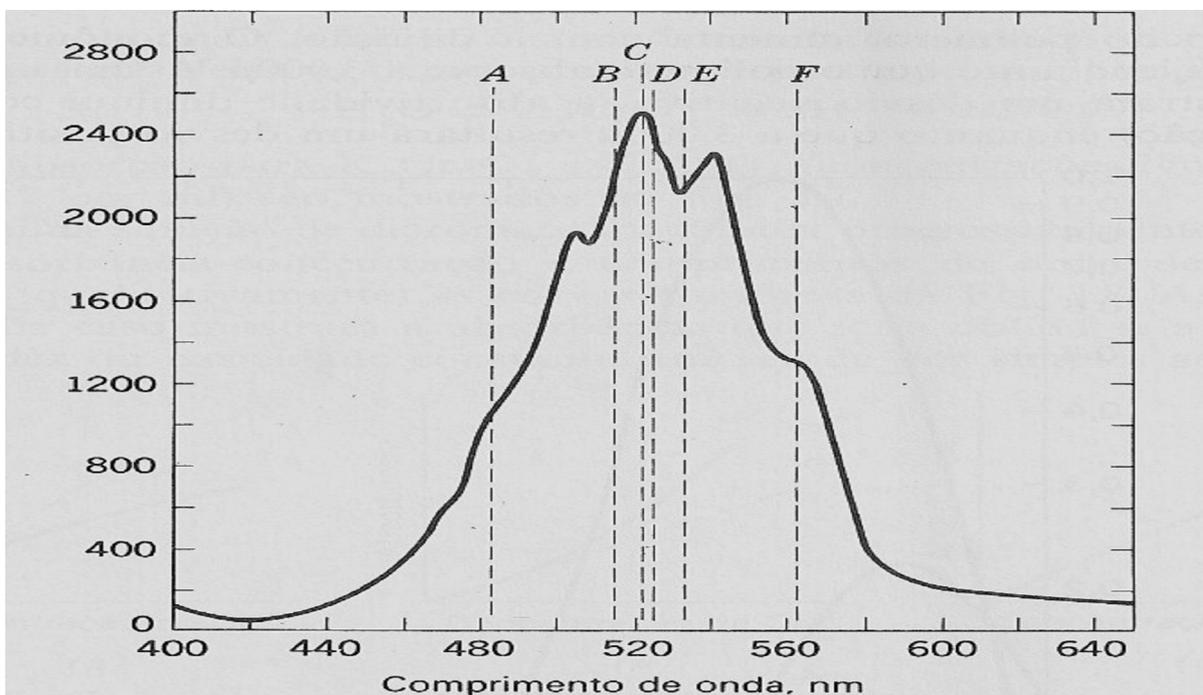


Figura 7 – Espectro de absorção do permanganato de potássio em solução aquosa
Fonte: EWING, 1972, p. 53.

4 FÓSFORO

Numa das tentativas de encontrar a pedra filosofal, o alquimista alemão Hennig Brand isolou pela primeira vez, em 1669, fósforo elementar a partir de resíduos de urina evaporada. O brilho emitido pela substância no escuro está na origem de sua denominação: do grego *phós*, “luz”, e *phóros*, “transportador”. (PEIXOTO, 2002)

Fósforo é um elemento químico não-metálico, de símbolo P e número atômico 15, que corresponde ao dos nitrogenóides, muito inflamável, luminoso na obscuridade. Encontra-se na natureza em combinações de fosfatos e outros sais.

Como componente orgânico, encontra-se nos organismos vivos sob as formas de fosfatos de cálcio nos ossos e nos dentes (metabolismo fosfocálcio), de ésteres ortofosfóricos (associado a ossos, a ácidos aminados, a bases), de ésteres difosfóricos (adenosina di e trifosfórica, A.D.P. ou A.T.P, que desempenham um papel importante na reserva energética), de nucleotídeo no ácido desoxirribonucléico (D.N.A), faz parte da urina, do sangue e de outros humores ou líquidos corporais. (CASAGRANDE, 2003).

O estado fundamental do átomo de fósforo apresenta uma estrutura de elétrons representada na configuração $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$. Isso implica uma camada externa de cinco elétrons sobre os quais o núcleo exerce intensa atração. (PEIXOTO, 2002)

Conseqüentemente, as ligações do átomo de fósforo com outros átomos próximos mostram uma natureza covalente, isto é, compartilham elétrons em suas uniões.

Para Campos (2003) o fósforo apresenta dez variedades alotrópicas em manifestações diversas de composições químicas análogas, das quais as três mais importantes são o fósforo branco, o vermelho e o negro.

O primeiro, fortemente tóxico, apresenta-se sob duas formas: alfa, de estrutura cristalina cúbica (embora exista uma variedade hexagonal) e estável à temperatura ambiente; e beta, de estrutura hexagonal e estável apenas a temperaturas inferiores a -78°C . De molécula tetratômica (P_4), é instável, muito reativo e, em contato com o ar, se inflama espontaneamente e experimenta oxidação lenta, que ocasiona formação de anidrido fosfórico P_4O_{10} e emissão de luminosidade, fenômeno conhecido como fosforescência. (Campos, 2003).

O fósforo não se encontra livre na natureza em nenhuma de suas variedades, o fósforo vermelho não é venenoso nem fosforescente e apresenta uma reatividade muito inferior. Nesse estado alotrópico é utilizado para sua aplicação mais comum: a fabricação de palitos de fósforo. Mais raro que as variedades anteriores, o fósforo Negro é o mais estável do ponto de

vista termodinâmico. Sua estrutura consiste de camadas em ziguezigue de átomos de fósforo. (CAMPOS, 2003).

Mas, em combinações como o fosfato constitui 0,12% da composição da crosta terrestre e, em ordem quantitativa, é o duodécimo elemento químico na Terra.

Peixoto (2002) diz que as matérias-primas a partir das quais se extrai o fósforo são fundamentalmente os fosfatos de metais alcalino-terrosos encontrados em depósitos de rochas de fosfato, como a clorapatita, $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$, a fluorapatita, $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ ou a vivianita, $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$.

Quanto a seu papel biológico, o fósforo encontra-se nos organismos vivos em combinação oxigenada, geralmente como anidrido P_2O_5 , como suporte de reações metabólicas.

A presença desse elemento em níveis adequados é especialmente importante nos ossos, em que atua como suporte dos compostos de cálcio.

Para a bioquímica, o fósforo também constitui elemento básico, já que faz parte da composição do ATP, trifosfato de adenosina, e do ADP, difosfato de adenosina, nucleotídeos presentes nos tecidos, que desempenham função essencial tanto no metabolismo molecular como na regulação entre absorção e liberação energéticas. (CASAGRANDE, 2003)

4.1 AS FUNÇÕES DO FÓSFORO NAS PLANTAS

O fósforo (P) é um dos dezesseis elementos essenciais à nutrição das plantas e um dos três macronutrientes primários. É absorvido do solo através das raízes nas formas de íons H_2PO_4^- e HPO_4^{2-} . (BRAGA, 2010).

O fósforo (P) desempenha papel importante no crescimento do sistema radicular, bem como no perfilhamento das gramíneas, o que é fundamental para a maior produtividade e persistência das forrageiras. (CAMPOS, 2003).

Para Peixoto (2002), o Fósforo é o segundo elemento essencial mais limitante à produção agrícola, depois do nitrogênio (N).

A "construção" da fertilidade do solo em fósforo torna-se particularmente importante nos solos ácidos dos trópicos, uma vez que estes apresentam baixa disponibilidade natural e alta capacidade de adsorção e precipitação desse nutriente. Somado a esse fato, tem-se que a absorção de nitrogênio pelas plantas é restringida pela deficiência de fósforo. (COSTA, 1988).

O fósforo apresenta problemas de limitação nos solos por causa da "fixação", tornando-o indisponível para as plantas. Embora os solos tenham certa quantidade de fósforo, uma fração pequena é absorvida pelas culturas. (BRAGA, 2010).

O fósforo é um componente vital da célula e sem fósforo não há vida, como já mencionado. Ele tem muitas funções na planta: estimula o crescimento e a formação do sistema radicular no início do desenvolvimento; é responsável pelo arranque das plantas e pela maturidade e ajuda na formação das sementes. Dentro da célula existem funções que são características do fósforo: ele influencia a utilização dos açúcares e amido; é um armazenador de energia; acelera a atividade das enzimas importantes no processo de respiração; e exerce influência no processo de fotossíntese. (CAMPOS, 2003).

Para Braga (2010) "O primeiro passo na respiração é a combinação de açúcar e fósforo: é a fosforilação".

Quando há deficiência de fósforo, o crescimento da planta é retardado e este elemento é translocado para o interior da planta. Ele move-se dos tecidos mais velhos para o mais novo o que, externamente, se traduz numa característica de "fome", sinal que o fósforo está deficiente, e com um arroxado das folhas - diz-se que o milho está "roxo de fome"; uma coloração verde clara ocasionada pela deficiência de clorofila devido à deficiência de fósforo. (CAMPOS, 2003).

As plantas jovens absorvem o fósforo mais rapidamente, o que permite um crescimento rápido e intenso das raízes em ambientes com níveis adequados do nutriente. Afirma-se que quando as plantas atingirem 25% da altura total, elas já armazenaram 78% de suas necessidades totais em fósforo. Isto explica porque se recomenda um suprimento adequado de fósforo no momento que elas começam a germinar, particularmente em plantas de ciclo curto. (BRAGA, 2010).

No complexo de armazenagem e de estrutura no interior da planta, existem os fosfolipídios e as nucleoproteínas. Os fosfolipídios são substâncias parecidas com gordura e são extremamente elevados em termos de valor de energia e atuam como materiais de armazenamento. A semente é o órgão de armazenamento da planta; aqui a energia do açúcar e do amido fabricados é condensada em alimentos de energia altamente concentrada. (CAMPOS, 2003).

As nucleoproteínas são substâncias muito semelhantes às proteínas e ocorrem no interior de núcleos e citoplasma das células.

Uma vez que estes compostos ocorrem na "sede da hereditariedade" - os cromossomos - parece que o fósforo está relacionado à reprodução das plantas e animais. O segundo grande

grupo de compostos de fósforo orgânico são aqueles importantes no metabolismo da planta. Eles são, também, complexos e contêm grandes quantidades de energia; desempenham, por sua vez, um papel primordial na vida da planta. (BRAGA, 2010).

O fósforo, também, é importante na produção de aminoácidos. Os organismos, no seu processo de crescimento, necessitam de proteínas; elas contêm carbono, hidrogênio, oxigênio, e nitrogênio; em muitos casos, podem ocorrer conteúdos de fósforo e enxofre.

Para Campos (2003) os sintomas de deficiência de fósforo nas culturas são mais difíceis de reconhecer do que aqueles relativos ao nitrogênio e ao potássio. Um dos sintomas de deficiência de P é o atraso na produção; isto é devido a uma divisão celular insuficiente. A adubação fosfatada tende a contrabalançar a nitrogenada, e acelerar a maturidade da planta. Aplicações de fósforo são extremamente importantes para estimular o desenvolvimento inicial das raízes bem como aprofundá-las no solo.

Entretanto, no solo, o fósforo aplicado enfrenta sérios problemas devido à "fixação". Os fertilizantes fosfatados solúveis em água reagem, no solo, com o ferro, alumínio, argilas, matéria orgânica, formando compostos insolúveis não aproveitáveis pelas plantas. (BRAGA, 2010).

Do fósforo aplicado ao solo, a planta aproveita de 15 a 25%; o restante é fixado fortemente pela acidez do solo. Isto explica porque as fórmulas de fertilizantes NPK apresentam o teor relacionado ao fósforo em maior quantidade, quando as plantas o exigem em pequenas quantidades. Portanto, nestas fórmulas, há uma liberação de fósforo suficiente para as exigências das plantas durante o seu ciclo, de acordo com as recomendações baseadas na análise do solo. Aquela parte de fósforo que foi fixada será liberada com a correção do solo pela calagem. (CAMPOS, 2003).

5 O QUE SÃO FERTILIZANTES

Fertilizantes minerais são materiais, naturais ou manufaturados, que contêm nutrientes essenciais para o crescimento normal e o desenvolvimento das plantas.

A fertilidade do solo depende de interações complexas e pouco compreendidas entre as propriedades biológicas, químicas e físicas do solo.

Uma adubação eficiente é importante sob ambos os aspectos: econômico e ambiental. Isso é o mesmo que minimizar perdas de nutrientes para o ambiente, enquanto se obtêm rendimentos ótimos da cultura. (CASAGRANDE, 2003).

A instalação de sucessivas culturas agrícolas num solo terá tendência para ir baixando a fertilidade, uma vez que a maior parte dos elementos que as plantas absorvem não volta ao solo, isto é, são exportados para fora dos locais de onde foram retirados. (SANTOS, 1995).

Para Santos (1991) “Fertilizantes ou adubos são compostos químicos que visam suprir as deficiências em substâncias vitais à sobrevivência dos vegetais. São aplicados na agricultura com o intuito de melhorar a produção”.

Estas substâncias tanto podem ter uma ação direta sobre as plantas, fornecendo-lhes os nutrientes que elas necessitam, como uma ação indireta, através da melhoria das condições do meio onde as plantas se desenvolvem, destinando-se essencialmente a corrigir os solos. (COSTA, 1988).

Desta forma, o fornecimento de nutrientes às plantas e a melhoria da fertilidade dos solos devem ser os objetivos principais da utilização de fertilizantes.

Atendendo ao principal objetivo que se tem em vista na aplicação, os fertilizantes subdividem-se em adubos e corretivos agrícolas. (SANTOS, 1991).

A progressiva intensificação cultural veio, no entanto, a exigir também, a utilização de produtos capazes de atuar mais rapidamente e com maior eficácia na alimentação das plantas.

Estas substâncias no seu conjunto designadas por fertilizantes, podem atuar nas produções mediante uma ação essencialmente direta, isto é, proporcionando às culturas uma maior disponibilidade dos elementos nutritivos que lhes são mais necessários, ou através de ações predominantemente indireta, ou seja, exercendo uma influência benéfica nas diferentes características do solo. (COSTA, 1988).

Embora os adubos sejam normalmente os principais responsáveis pela quantidade e qualidade das produções agrícolas, a sua ação só pode manifestar-se de forma eficaz desde que no solo não existam outros fatores limitantes do desenvolvimento das plantas. Quando tal

condição se verifica, será conveniente recorrer ao uso de corretivos agrícolas. (SANTOS, 1995).

Para Santos (1995) o êxito da aplicação dos fertilizantes vai depender da conveniente aplicação dos diversos fatores associados aos condicionalismos agroclimáticos e culturais, mas, em qualquer caso, é sempre indispensável começar por se saber quais são os fertilizantes que podem ser aplicados e quais as características que cada um deles possui.

A escolha do fertilizante mais adequado depende de vários fatores, nomeadamente do tipo de solo e da cultura, das características climáticas da região e da técnica de aplicação do fertilizante.

6 O METODO UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO

O teor de fósforo é determinado colorimetricamente através da formação de ácido fosfomolibdico e a ação de um agente redutor, produzindo "azul de molibdênio" de composição desconhecida.

O teor de fósforo é normalmente expresso em mg de P_2O_5 por litro de solução.

No entanto, para uma análise mais precisa recomenda-se o método colorimétrico, empregando espectrofotômetro.

6.1 MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO

Materiais:

Espectrofotômetro ou colorímetro;

Balão volumétrico, 50, 100, 500 e 1.000 ml;

Pipeta volumétrica, 10, 20 e 50 ml;

Cubeta de vidro, caminho ótico 40 mm;

Balança analítica



Figura 8 - Espectrofotômetro de absorção.

Fonte: Autoria própria

Reagentes:

Solução estoque de KH_2PO_4

Solução de uso de KH_2PO_4

Solução de sulfato molibdato 5%

Solução redutora de Elon

6.2 PREPARO DE SOLUÇÕES

6.2.1 Fosfato ácido de potássio, solução estoque

Preparação.

Secar em estufa a 105°C por 6 h aproximadamente 5 g de KH_2PO_4 , retirar e esfriar em dessecador.

Pesar 1,9168 g do sal seco e transferir para balão volumétrico de 500 ml, com auxílio de 300 - 400 ml de água destilada.

Adicionar 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, esfriar e completar o volume.

Cada 1 ml desta solução contém 2 mg de P_2O_5 .

6.2.2 Fosfato ácido de potássio, solução de uso

Preparação:

Transferir 5 ml da solução estoque de KH_2PO_4 , para um balão volumétrico de 500 ml e completar o volume.

Cada 1 ml desta solução contém 0,02 mg de P_2O_5 .

6.2.3 Sulfato molibdato, solução 5%

Preparação:

Pesar 50 g de molibdato de sódio dihidratado, transferir para balão volumétrico de 1.000 ml, dissolver e completar o volume com água destilada.

Transferir toda a solução para balão volumétrico de 2.000 ml, adicionar 500 ml de ácido sulfúrico 10N, completar o volume com água destilada e homogeneizar.

Armazenar em frasco de vidro âmbar.

6.2.4 Solução redutora de Elon

Preparação:

Pesar 30 g de bissulfito de sódio, transferir para balão volumétrico de 1.000 ml e dissolver com cerca de 300 ml de água destilada.

Pesar 10 g de Elon (Photorex), dissolver em béquer com auxílio de 300 ml de água destilada e transferir para o mesmo balão contendo o bissulfito. Completar o volume e homogeneizar.

Armazenar em frasco de vidro âmbar.

6.3 CURVA PADRÃO

Técnica:

Transferir para balões volumétricos de 50 ml, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15 e 19 ml da solução de *uso*.

Preparar uma solução de Branco com todos os reagentes, sem a solução de KH_2PO_4 para a calibração do aparelho.

Equação para determinação das concentrações dos padrões.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

Solução de uso em ml	Concentração de P_2O_5 em mg.L^{-1}
3	1,2
5	2,0
7	2,8
9	3,6
11	4,4
13	5,2
15	6,0
17	6,8
19	7,6

Quadro 1- Concentração dos padrões, em ppm.

Adicionar em cada balão 10 ml da solução de sulfato molibdato e 5 ml da solução redutora.

Completar o volume com água destilada, homogeneizar e aguardar no mínimo 20 min.

Medir a absorvância das soluções a 660 nm em cubeta de 1cm, usando a prova em branco como referência.



Figura 9 - Padrões de fosfato.

Fonte: Autoria própria.

7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

7.1 MANUSEIO DAS AMOSTRAS

Pelo uso da técnica de espectroscopia de absorção na região do ultravioleta-visível esta pesquisa teve como foco a determinação do Fósforo, na forma de P_2O_5 . Para isso, foram utilizadas como amostras alíquotas de fertilizantes de jardim contendo este elemento e o objetivo foi de comparar as informações sobre a concentração deste elemento nos produtos e os resultados obtidos pelas análises realizadas.

Embora a metodologia para a análise do Fósforo utilizada nesta pesquisa fosse relativamente simples, foram enfrentadas algumas dificuldades no manuseio das amostras.

Em dois dos casos estudados, os produtos utilizados como amostra possuíam, além dos nutrientes básicos, a saber, nitrogênio, fósforo e potássio, uma série de outros micronutrientes. Como exemplo, a tabela abaixo mostra as espécies químicas presentes em um dos fertilizantes:

Micronutriente presente na amostra	Concentração (g.L ⁻¹)
Magnésio	7,74
Enxofre	12,89
Boro	0,13
Cloro	1,42
Cobalto	0,064
Cobre	2,57
Ferro	0,26
Manganês	0,64
Molibdênio	0,064
Zinco	3,86

Quadro 2 - Composição de uma amostra de fertilizante.

Ao se preparar as amostras para a análise, a partir deste produto, percebeu-se que a cor azul, esperada quando há a reação de complexação entre o Fósforo contido na solução e os reagentes sulfomolibdato de sódio e o redutor de Elon, não se mostrou. A solução formada pelo fertilizante e os demais reagentes continuaram incolor e supõe-se que a grande

quantidade de cátions metálicos presentes possa ter interferido fortemente no processo de complexação pretendido.

Em função do exíguo tempo para a realização dos experimentos e confecção do trabalho de pesquisa, achou-se por bem, então, desprezar esta amostra ao invés de executar todo o procedimento de precipitação e retirada dos interferentes, o que complicaria bastante o procedimento experimental, tomando tempo não disponível.

Em outra situação, foi utilizado um fertilizante sólido que se mostrou bastante resistente ao processo de dissolução, indispensável para a preparação da amostra a ser lida no equipamento. Mesmo pelo uso de um agitador magnético e com o auxílio do aumento da temperatura, o produto gerou uma mistura turva com a água sobrando uma pequena quantidade de corpo de fundo. Com certeza, a turbidez apresentada iria interferir nos resultados de absorvância, já que estas medidas envolvem a atenuação da intensidade de um feixe de radiação eletromagnética pela amostra. A alíquota do produto que, mesmo com os esforços, não se dissolveu poderia conter fósforo que não seria detectado pela análise. Assim, também esta amostra foi descartada como possibilidade de análise em virtude das exigências procedimentais requeridas para viabilizá-la.

Deste modo, optou-se pelos produtos fertilizantes que fossem apenas uma mistura dos três principais nutrientes, N, P e K e que fossem líquidos, facilitando assim as análises e permitindo que as mesmas fossem realizadas dentro dos prazos requeridos como exigências acadêmicas.

As amostras utilizadas nas análises foram diluídas em água e, a partir das soluções-estoque, diluídas conforme os limites das curvas analíticas obtidas.

7.2 CONSTRUÇÃO DA CURVA ANALÍTICA DE CALIBRAÇÃO PARA A AMOSTRA “A”

A tabela a seguir mostra os valores das leituras de absorvância em relação às concentrações de P_2O_5 preparadas para a construção da curva de calibração realizada, para a obtenção das leituras das concentrações de fosfato na amostra do fertilizante “A”.

Concentração em ppm de P ₂ O ₅	Leituras de Absorvância
1,2	0,114
2,0	0,150
2,8	0,197
3,6	0,232
4,4	0,271
5,2	0,310
6,0	0,353
6,8	0,391
7,6	0,417

Quadro 3 - Leituras de Absorvância curva analítica de calibração1.

A partir dos valores encontrados foi construída a Curva Analítica de Calibração, com seis pontos.

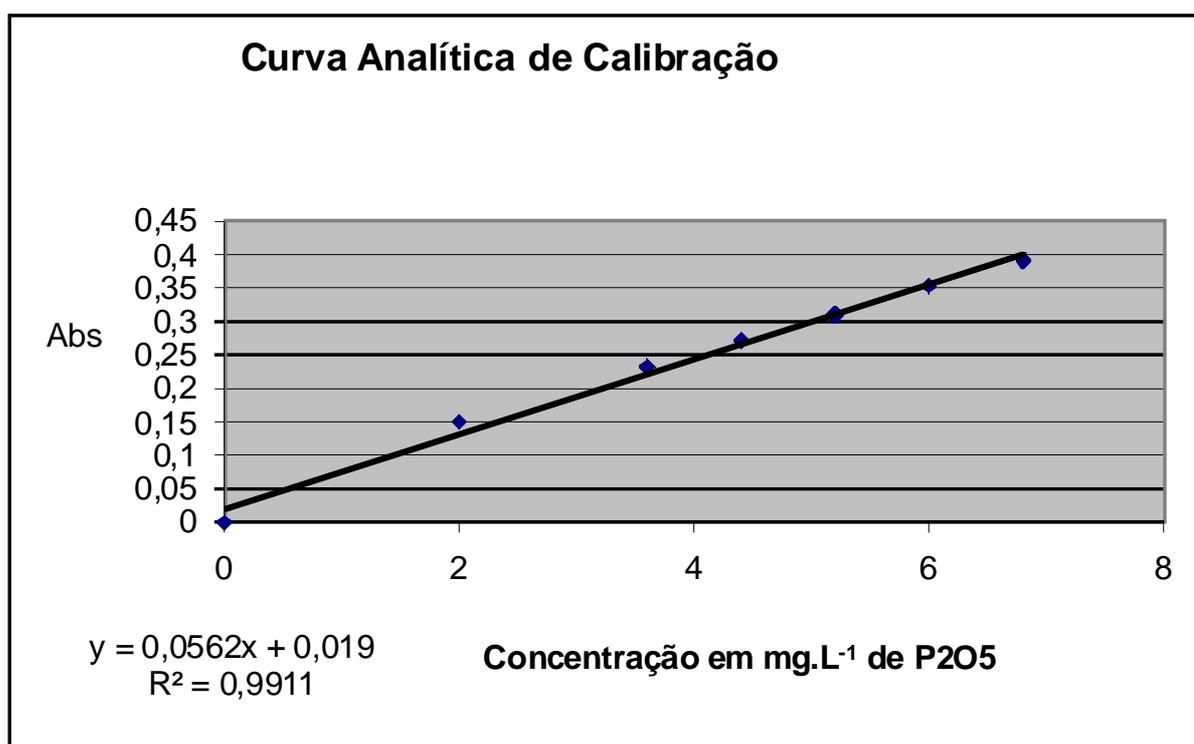


Gráfico 1 - Curva Analítica de Calibração 30 de abril.

7.2.1 Preparo da Amostra “A” e Resultados

A partir do fertilizante “A” fez-se uma diluição tal que a concentração estimada de P₂O₅ na amostra, ficasse compreendida mais ou menos no meio da curva de Calibração, para as leituras no aparelho.

Para a análise de fosfato em fertilizantes, a amostra foi diluída para baixar a sua concentração a fim de suas leituras de absorvância entrarem na faixa da curva de calibração.

A amostra “A” do fertilizante analisada possuía, e seu rotulo uma concentração de 48g/L, foi diluído 1 ml da amostra para 1000 ml de água destilada, baixando sua concentração para 48 mg.L⁻¹, para uma segunda diluição foram utilizados 10 ml da primeira diluição, para 100 ml de água destilada, baixando sua concentração para 4,8 mg.L⁻¹. Estas concentrações tiveram como referências os valores do rotulo do produto.

Foram preparadas duplicatas da amostra, para uma maior confiabilidade da análise sendo A₁ e A₂.

Após as leituras realizadas pelo aparelho de espectroscopia, foram obtidos os resultados de 0,240 para A₁ e 0,244 para A₂ de absorvância, a partir do valor encontrado foi realizado o cálculo para se determinar as concentrações em mg.L⁻¹.

Para Y valores de absorvância e X concentrações em mg.L⁻¹.

Amostra A₁:

$$Y = 0,0562x + 0,019$$

$$0,240 = 0,0562x + 0,019$$

$$0,0562x = 0,240 - 0,019$$

$$X = \frac{0,221}{0,0562} \quad X = 3,93 \text{ mg.L}^{-1}.$$

Porcentagem de erro da amostra A₁.

4,8 mg/L na teoria; 3,93 na prática.

$$E = \frac{3,93 - 4,8}{4,8} \times 100 \quad E = -18,12 \%$$

Amostra A₂:

$$Y = 0,0562x + 0,019$$

$$0,244 = 0,0562x + 0,019$$

$$0,0562x = 0,244 - 0,019$$

$$X = \frac{0,225}{0,0562} \quad X = 4,0 \text{ mg.L}^{-1}.$$

Porcentagem de erro na amostra A₂.

4,8 mg/L na teoria, 4,0 na prática.

$$E = \frac{4,0 - 4,8}{4,8} \times 100 \quad E = -16,66 \%$$

7.3 CONSTRUÇÃO DA CURVA ANALÍTICA DE CALIBRAÇÃO PARA A AMOSTRA “B”

A tabela a seguir mostra os valores das leituras de absorvância em relação às concentrações de P_2O_5 preparadas para a construção da curva de calibração realizada, para a obtenção das leituras das concentrações de fosfato na amostra do fertilizante “B”.

Concentração em $mg.L^{-1}$ de P_2O_5	Leituras de Absorvância
2,8	0,203
3,6	0,236
4,4	0,279
5,2	0,311
6,0	0,352

Quadro 4 - Leituras de absorvância, curva analítica de calibração 2.

A partir dos valores encontrados foi construída a Curva Analítica de Calibração, com seis pontos.

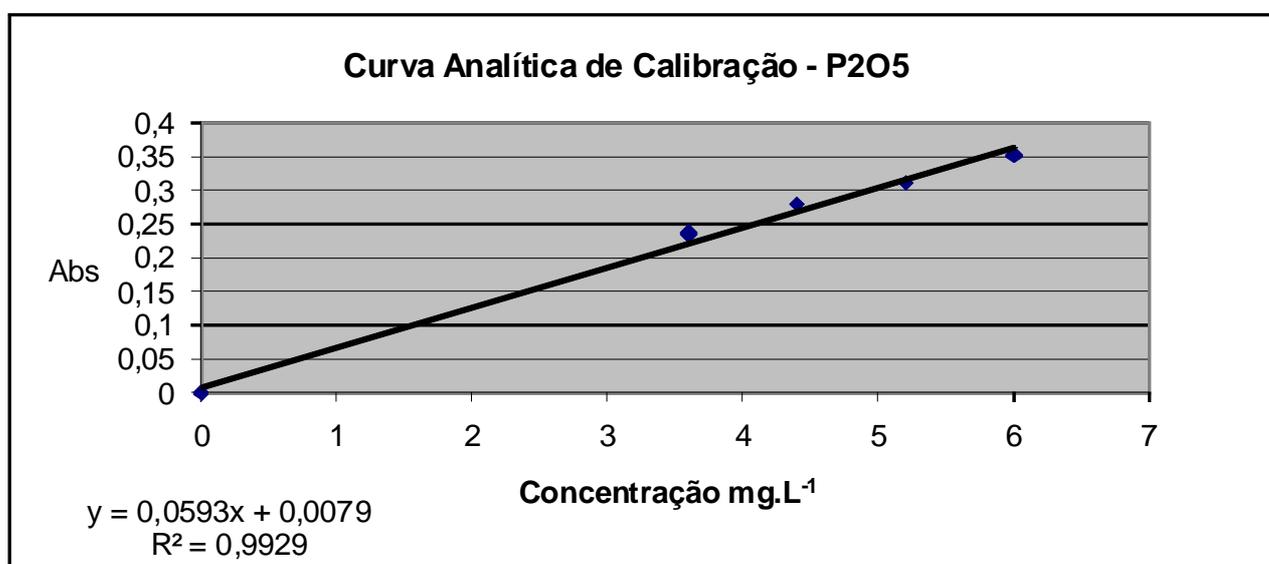


Gráfico 2 - Curva analítica de calibração para fertilizante “B”

7.3.1 Preparo da Amostra “B” e Resultados

A partir do fertilizante “B” fez-se uma diluição tal que a concentração estimada de P_2O_5 na amostra, ficasse compreendida mais ou menos no meio da curva de Calibração, para as leituras no aparelho.

Para a análise de fosfato em fertilizantes, a amostra foi diluída para baixar a sua concentração a fim de suas leituras de absorvância entrarem na faixa da curva de calibração.

A amostra “B” do fertilizante analisada possuía, e seu rotulo uma concentração de 69,6 g/L, foi diluído 1 ml da amostra para 1000 ml de água destilada, baixando sua concentração para 69,6 mg/L, para uma segunda diluição foram utilizados 5 ml da primeira diluição, para 100 ml de água destilada, baixando sua concentração para 3,48 mg.L⁻¹. Estas concentrações tiveram como referências os valores do rotulo do produto.

Foram preparadas duplicatas da amostra, para uma maior confiabilidade da análise sendo B₁ e B₂.

Após as leituras realizadas pelo aparelho de espectroscopia, foram obtidos os resultados de 0,240 para B₁ e 0,247 para B₂ de absorvância, a partir do valor encontrado foi realizado o cálculo para se determinar as concentrações em mg.L⁻¹.

Para Y valores de absorvância e X concentrações em mg.L⁻¹.

Amostra B₁:

$$Y = 0,0593x + 0,0079$$

$$0,240 = 0,0593x + 0,0079$$

$$0,0593x = 0,240 - 0,0079$$

$$X = \frac{0,2321}{0,0593} \quad X = 3,91 \text{ mg.L}^{-1}$$

Porcentagem de erro da amostra B₁.

3,48 mg/L na teoria; 3,91 na prática.

$$E = \frac{3,91 - 3,48}{3,48} \times 100 \quad E = 12,35 \%$$

Amostra B₂:

$$Y = 0,0593x + 0,0079$$

$$0,247 = 0,0593x + 0,0079$$

$$0,0593x = 0,247 - 0,0079$$

$$X = \frac{0,2391}{0,0593} \quad X = 4,03 \text{ mg.L}^{-1}$$

Porcentagem de erro na amostra B₂.

3,48 mg.L⁻¹ na teoria, 4,03 na prática.

$$E = \frac{4,03 - 3,48}{3,48} \times 100 \quad E = 15,80 \%$$

8 CONCLUSÃO

O método utilizado mostrou-se bastante eficaz em amostras contendo apenas os elementos N, P e K, porém em amostras com outros elementos o método exige a retirada destes interferentes. Foram encontradas algumas dificuldades para a análise de algumas amostras, dificuldades estas que seriam contornadas com a aplicação de procedimentos químicos que exigiriam maior disponibilidade de tempo. Estas amostras foram descartadas e os procedimentos laboratoriais exigidos para o tratamento destas amostras poderão fazer parte, talvez, de um trabalho futuro de análise de fosfato.

Com os parâmetros analisados através da Espectroscopia de absorção na região do visível, podemos confirmar que as amostras dos fertilizantes analisados realmente continham o íon fosfato, porém suas concentrações não se apresentaram como informado no rótulo de suas embalagens por seus fabricantes. As concentrações obtidas neste trabalho se apresentaram de maneira pertinente à realidade de uma análise meramente informativa e nunca na intenção de buscar resultados referentes ao controle íntegro da idoneidade do produto analisado apoiado em alguma legislação.

Foi constatada uma margem relativa de erro bem elevada nas amostras analisadas de dois fabricantes diferentes, sendo que uma apresentou uma concentração inferior ao informado na sua embalagem de seu produto, e a outra uma concentração superior ao informado na sua embalagem.

A marca de fertilizante “A” informava que seu produto continha uma concentração de $4,8 \text{ mg.L}^{-1}$, pelas análises realizadas foram constatados uma concentração de 3,93 e 4,0 tendo em vista que foram realizadas duplicatas de cada amostra de fertilizantes e uma margem de erro de -18,12 e -16,66%, apresentando uma margem de erro de -17,39%.

A marca de fertilizante “B” informava que seu produto continha uma concentração de $3,48 \text{ mg.L}^{-1}$, pelas análises realizadas foram constatados uma concentração de 3,91 e 4,03 mg/L , apresentando uma margem de erro de 12,35 e 15,80%, com uma média de erro de 14,07%.

Com base nos procedimentos metodológicos aplicados e levando em consideração a quantidade de fosfato presente nas amostras de fertilizantes e os possíveis desvios devido às diluições e à utilização de pipetas graduadas, podemos concluir que a determinação experimental por espectroscopia de absorção na região do ultravioleta e visível obteve êxito em seus resultados e evidenciou de maneira satisfatória a presença do íon fosfato nas amostras, bem como suas respectivas concentrações.

REFERÊNCIAS

BRAGA, G. N. M. As funções do fósforo para as plantas. **Na sala com Gismonti assuntos sobre agronomia**, 2010. Disponível em:

<<http://agronomiacomgismonti.blogspot.com/search/label/f%C3%B3sforo>>. Acesso em: 11 maio 2010.

CAMPOS, S. de. Minerais fósforo e fosfatos. **Medicina avançada**, 2003. Disponível em: <<http://www.drashirleydecampos.com.br/noticias/4808>>. Acesso em: 5 maio 2010.

CASAGRANDE, J. C. et al. Adsorção de fosfato e sulfato em solos com cargas elétricas variáveis. **Revista Brasileira Ciências e Solo**, Campinas, v. 27, p 51-59, 2003.

COSTA, A. S. V. da. **Elementos sobre fertilidade do solo e fertilização**. [S.l.] Ed. Ministério da Agricultura, Pecuária e Alimentação. 1988, 106 p.

EWING, G. W. **Métodos instrumentais de análise química**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1972.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005.

OHLMEILER, O. A. **Fundamentos de análise instrumental**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1981.

PEIXOTO, E. M. A. Elemento químico. **Fósforo**, 2002. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/index.php>>. Acesso em: 23 maio 2010

SANTOS, J. Q. dos. **Fertilização**: fundamentos da utilização dos adubos e corretivos.[S.l.]: Ed. Publicações Europa América, 1991. 441 p.

SANTOS J. Q. dos. **Fertilização e poluição**: reciclagem agro-florestal de resíduos Orgânicos. [S.l.]: Ed. do Autor, 1995. 192 p.

SHRINER, R. L. et al. **Identificação sistemática dos compostos orgânicos**. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

SILVERSTEIN, R. M. et al. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1994.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002.

SKOOG, D. A. et al. **Fundamentos de química analítica**. 8. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

SOUZA, A. E. de. Balanço Mineral Brasileiro. **Fosfato**, 2001. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriadocumento/balancomineral2001/fosfato.pdf>> Acesso em: 1 maio de 2010