

## DETERMINAÇÃO QUALI-QUANTITATIVA DE $Zn^{2+}$ POR CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

Jairo Osvaldo CAZETTA\*  
José ZUANON NETTO\*\*

■ **RESUMO:** Este trabalho apresenta um método para determinação qualitativa e quantitativa de  $Zn^{2+}$ . Folhas de citros secas a 60-70°C foram utilizadas como amostras para a realização dos testes. O extrato foi preparado por incineração da amostra (500-550°C) e as cinzas obtidas, solubilizadas com ácido clorídrico. Estabeleceu-se um método simples e adequado à separação, concentração e determinação do  $Zn^{2+}$  no cromatograma, pela utilização de pistas com formato especialmente desenvolvido para tal finalidade e demarcadas na camada de celulose microcristalina. O método desenvolvido permitiu determinar concentrações entre 10 e 50 ppm, através da comparação da intensidade de cor e da largura das bandas com as de uma série de padrões desenvolvidos no mesmo cromatograma. Os resultados obtidos para amostras vegetais sugerem a possibilidade de emprego deste método para determinação de  $Zn^{2+}$  em outros tipos de amostras.

■ **PALAVRAS-CHAVE:** Zinco; cromatografia planar;  $Zn^{2+}$ ; plantas.

### Introdução

É grande o interesse na determinação de zinco em amostras vegetais com a finalidade de se conhecer o estado nutricional das plantas.

O desenvolvimento de métodos simples, que se utilizam de materiais e equipamentos facilmente disponíveis, são de grande valia para laboratórios onde a frequência e a finalidade das análises não justificam a utilização de métodos instrumentais sofisticados, que normalmente são complexos e/ou dispendiosos, ou não disponíveis.

Neste contexto, a cromatografia planar se apresenta como um método alternativo simples, com potencialidades para separar e quantificar determinadas substâncias, mesmo nas circunstâncias que se apresentam em amostras complexas, tais como

\* Departamento de Tecnologia - Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias - UNESP - 14870-000 - Jaboticabal - SP - Brasil.

\*\* Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - UNESP - 14800-900 - Araraquara - SP - Brasil.

material vegetal. Assim, idealizou-se o presente trabalho com o objetivo de estabelecer uma metodologia que permitisse realizar a determinação quali-quantitativa de  $Zn^{2+}$  em plantas, para fins agrônômicos, utilizando-se apenas da cromatografia em camada delgada.

## Material e métodos

A camada delgada foi preparada misturando-se 25 g de celulose microcristalina (Merck) com 90 ml de água deionizada e posterior agitação por três minutos. Com o auxílio do conjunto espalhador (Desaga), regulado para  $250 \mu$ , aplicou-se uma camada uniforme da suspensão sobre placas de vidro de  $20 \times 20$  cm. Após a secagem ao ar ambiente por cerca de três horas, as cromatoplasas foram ativadas em estufa a temperatura de  $105-110^\circ C$  por 10 minutos. A seguir, as cromatoplasas foram demarcadas com pistas para tutelar o desenvolvimento cromatográfico, cujas dimensões e modo de preparação estão apresentados nas Figuras 1 e 2.

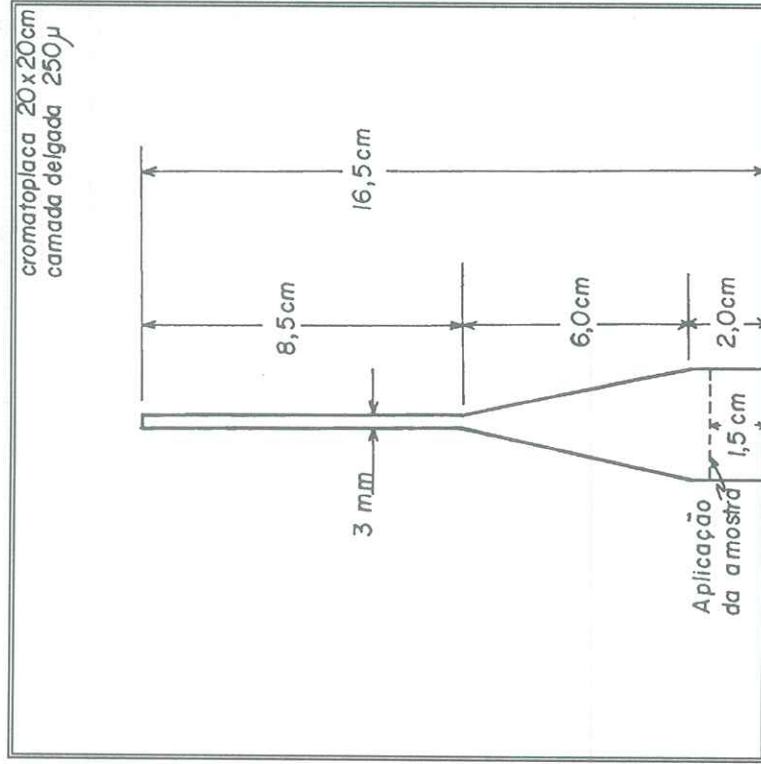


FIGURA 1 - Formato e dimensões das pistas cromatográficas para a determinação de  $Zn^{2+}$  em plantas e amostras similares.

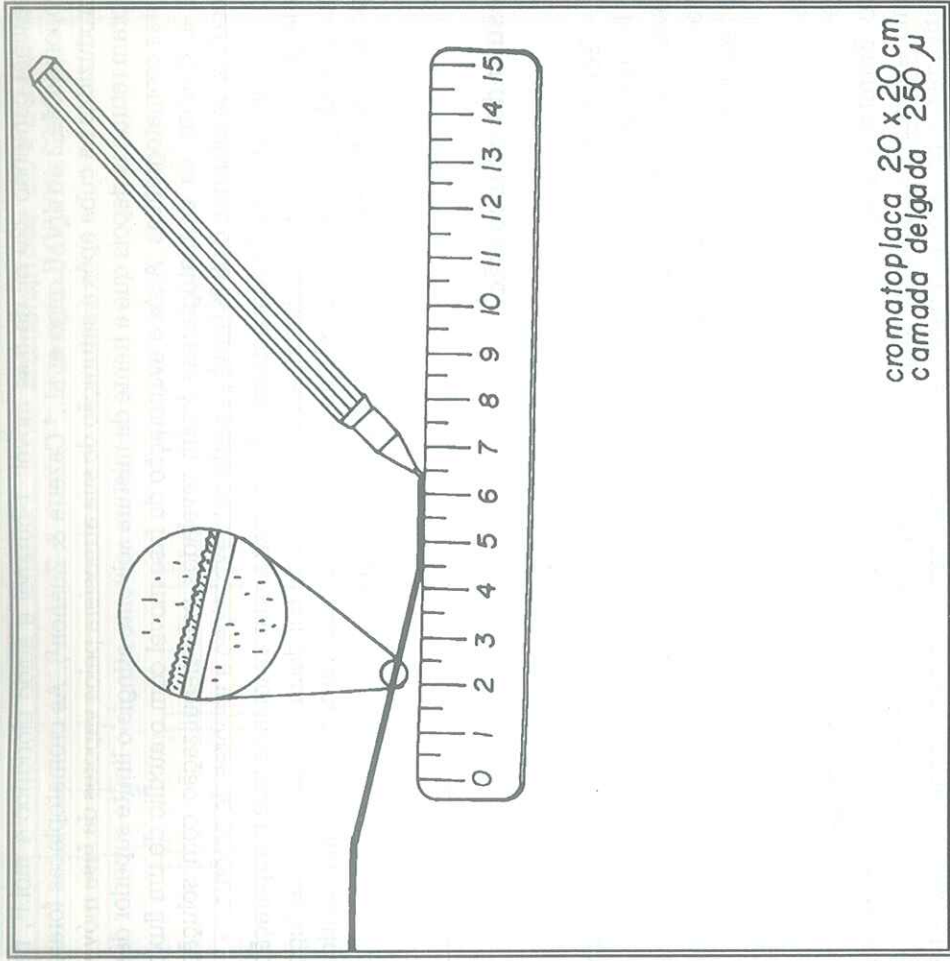


FIGURA 2 - Procedimento para a preparação das pistas cromatográficas. Durante a demarcação, a régua deve sempre proteger a parte interna da pista para evitar a ruptura da camada e obter pistas com bordas bem definidas (veja no detalhe ampliado).

Para a realização das experiências utilizaram-se soluções padrões preparadas a partir de  $ZnCl_2$  e uma amostra de folhas de citros (laranjeira), que foi preparada secando-se o material verde (estufa a  $60-70^\circ C$  até peso constante) com posterior incineração da matéria seca (mufla  $500-550^\circ C$ ) por três horas. A seguir, solubilizaram-se 650 mg de cinzas com aproximadamente 2,0 ml de HCl concentrado e posterior diluição com água até um volume de 10,0 ml. As soluções padrões e o extrato da amostra foram aplicados nas pistas cromatográficas com o auxílio de uma microseringa e evaporados pelo fluxo de ar quente de um secador de cabelos. Para o desenvolvimento dos cromatogramas utilizou-se uma cuba de vidro de  $22 \times 22 \times 10$  cm

(Desaga) contendo 220 ml da fase móvel: 1-butanol e ácido clorídrico 4 mol.l<sup>-1</sup>, na proporção de 3:1 (V/V) (Longo et al.,<sup>4</sup> Cazetta & Zuanon<sup>1</sup>). As cromatoplacas foram introduzidas na cuba após a saturação de sua atmosfera pelos vapores da fase móvel e foram retiradas depois que a frente da mistura solvente atingia o limite superior das pistas cromatográficas. Após a evaporação da fase móvel com o auxílio de um fluxo de ar quente, os cromatogramas foram revelados pela nebulização com solução alcoólica de alizarina 0,08 % (m/v) seguida pela exposição a vapores de amônia.

A quantificação da concentração de Zn<sup>2+</sup> nas amostras foi feita pela comparação da largura das bandas, auxiliada pela intensidade da cor desenvolvida por estas logo após a revelação, comparadas com as de uma série de padrões obtida de forma idêntica e paralelamente desenvolvida no mesmo cromatograma.

## Resultado e discussão

Em cromatogramas sem pistas, ou demarcados com pistas com mais de 1,0 cm de largura, o Zn<sup>2+</sup> se separa dos demais cátions, caminha próximo à frente da fase móvel, mas se difunde lateralmente. Este comportamento produz cromatogramas cujas manchas só se diferenciam quando oriundas da aplicação de quantidades de Zn<sup>2+</sup> muito diferentes.

A utilização de pistas estreitas (menores que um centímetro) impede a difusão lateral e pode-se obter bandas mais diferenciadas. Estas pistas podem ser úteis na análise de amostras que possuem o zinco em concentrações na ordem de gramas por litro. Entretanto, não são apropriadas para amostras pouco concentradas em zinco, como é o caso de material vegetal, em cujos extratos a concentração de Zn é relativamente baixa se comparada à dos demais cátions, especialmente Ca, Mg, Al e Fe, de modo que a aplicação de grandes volumes de extrato leva à sobreposição das manchas e à utilização de volumes menores; por sua vez, estas pistas não depositam quantidades detectáveis de Zn.

Assim, idealizou-se um formato de pista (Figura 1) cuja base suporta a aplicação de volumes relativamente grandes de extrato, e o suave afunilamento faz com que, durante o desenvolvimento cromatográfico, o Zn<sup>2+</sup> se separe dos demais cátions para ser, então, conduzido isoladamente à parte estreita, onde é concentrado em uma banda nítida e bem definida.

Dessa forma se obtêm cromatogramas em que a dimensão e a intensidade da cor da banda oriunda da cromatografia de uma amostra, analisadas logo após a revelação, permitem a quantificação, quando comparadas com as de uma série de padrões desenvolvida paralelamente no mesmo cromatograma (Figura 3).

A análise do cromatograma apresentado na Figura 3, feita logo após a revelação, permitiu estimar a concentração de Zn no extrato das folhas de citrus em cerca de 30 ppm.

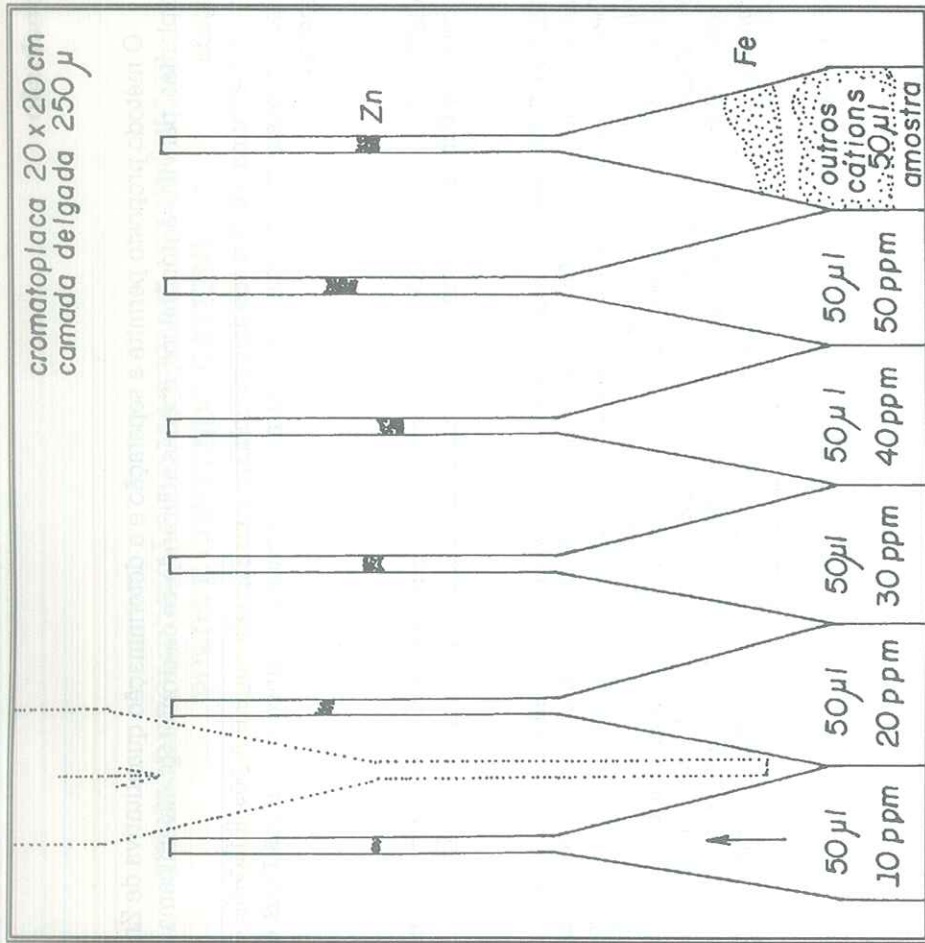


FIGURA 3 - Cromatograma obtido pela aplicação de 50 µl das soluções padrões: 10, 20, 30, 40 e 50 ppm em Zn, bem como 50 µl do extrato de folhas de citrus.

A mesma determinação, porém realizada por meio da espectrofotometria de absorção atômica, constatou que tal concentração era de 33 ppm.

O formato de pista proposto no presente trabalho permite utilizar a parte superior da cromatoplaca, invertendo-a e demarcando-lhe mais cinco pistas intercaladas (como indica a pista pontilhada, na Figura 3), o que pode ampliar a sua utilização para analisar mais de uma amostra, contribuindo para diminuir o custo das análises.

Não foram desenvolvidos testes utilizando o papel como fase estacionária, porém, tudo indica que podem ser obtidos resultados semelhantes, embora com menor resolução e sensibilidade, uma vez que o papel induz a uma maior difusão das substâncias durante o desenvolvimento cromatográfico (Houghton,<sup>2</sup> Lincoln et al.<sup>3</sup>).

## Conclusão

O método proposto permite a separação e a determinação quantitativa de  $Zn^{2+}$  em plantas, para fins agrônômicos, apenas utilizando-se da cromatografia em camada delgada.

A performance dos resultados obtidos para plantas sugere a possibilidade da utilização deste mesmo método para a determinação de zinco em outros tipos de amostras.

CAZETTA, J. O., ZUANON NETTO, J. Qualitative and quantitative method for  $Zn^{2+}$  determination by thin-layer chromatography. *Ecl. Quím.*, São Paulo, v. 19, p. 75-80, 1994.

■ **ABSTRACT:** This paper presents a method for  $Zn^{2+}$  qualitative and quantitative determination by thin-layer chromatography. Dry citrus leaves matter (60-70°C) were used as the sample for the tests. The extract was prepared by incineration of the sample (500-550°C) and solubilization of the obtained ashes with hydrochloric acid. It was established a simple method able to separate, concentrate and determine  $Zn^{2+}$  on chromatogram by utilization of tracks with a specially developed shape, demarcated on cellulose microcrystallin thin-layer. The developed method could to determine concentrations between 10 and 50 ppm, by comparing color intensity and width of bands provided by sample and standard setle developed on the same chromatogram. The results performance on vegetal sample indicates that this method may be useful for other similar materials.

■ **KEYWORDS:** Zinc; planar chromatography; plants.

## Referências bibliográficas

1. CAZETTA, J. O., ZUANON NETTO, J. Separação de cátions de amostras vegetais pela cromatografia em papel e em camada delgada. *Quím. Nova*, v. 14, 1991. (Suplemento)
2. HOUGHTON, F. D. Inorganic thin-layer chromatography on microcrystalline cellulose. *J. Chromatogr.*, v. 24, p. 494, 1966.
3. LINCOLN et al. A thin-layer chromatography for general chemistry. *J. Chem. Educ.*, v. 47, p. 401, 1970.
4. LONGO et al. Cromatografia aplicada no campo qualitativo inorgânico. Parte II - Comportamento dos cationes constantes dos quadros normais de análise qualitativa através do método da cromatografia em papel e em camada delgada. *An. Farm. Quím.*, v. 20, p. 230, 1980.

Recebido em 3.1.1994.  
Aceito em 25.2.1994.