

Determinação de cloreto em amostras de solo por turbidimetria: Otimização da etapa de lixiviação assistida por ultrassom

Determination of chloride in soil samples by turbidimetry: optimization of the ultrasound-assisted leaching step

Fábio Silva da Costa
Bolsista PCI, Técnico em química

Arnaldo Alcover Neto
Supervisor, Químico, D.Sc.

Resumo

A determinação de cloreto em amostras de solo é imprescindível, principalmente para a agricultura. Dentre os métodos analíticos disponíveis, o método turbidimétrico com nitrato de prata consegue aliar a vantagem da simplicidade e baixo custo, com um limite de quantificação razoavelmente baixo (0,25 mg/L), adequado para a análise de solos. Portanto, o objetivo deste trabalho foi otimizar a etapa de lixiviação com água assistida por ultrassom, de um material de referência certificado de solo (MRC) para a posterior determinação de cloreto pelo método turbidimétrico. Um planejamento estatístico de experimentos do tipo Doehlert foi realizado para otimizar o tempo e a temperatura de lixiviação. Os resultados mostraram que o modelo construído foi adequado para prever a recuperação de cloreto ($R^2 > 0,983$) e que foi possível lixiviar 100% do cloreto presente na amostra quando a temperatura e o tempo de lixiviação eram iguais a 80°C e 30 ou 60 minutos, respectivamente.

Palavras-chave: solo; cloreto; turbidimetria; Doehlert; otimização.

Abstract

The determination of chloride in soil samples is essential, mainly to agriculture. Among the available analytical methods, the turbidimetric method with silver nitrate combines the advantage of simplicity and low cost, with a reasonable low quantification limit (0.25 mg/L), suitable for soil analysis. Therefore, the objective of this work was to optimize the ultrasound-assisted water-leaching step of a certified soil reference material (CRM) for subsequent chloride determination by the turbidimetric method. A Doehlert statistical design was performed to optimize the leaching time and temperature. The results showed that the built model was adequate to predict the chloride recovery ($R^2 > 0.983$) and that it was possible to reach 100% of the chloride recovery when the temperature and the leaching time were equal to 80°C and 30 or 60 minutes, respectively.

Keywords: soil; chloride; turbidimetry; Doehlert; optimization.

1. Introdução

Dentre os métodos analíticos disponíveis para a determinação de baixos teores de cloreto, a cromatografia de íons (CI) possui a vantagem de ser um método com baixo limite de detecção e quantificação, mas torna-se antieconômico devido ao elevado custo de manutenção do equipamento analítico. Por outro lado, a potenciometria de eletrodo íon seletivo é uma técnica barata e simples, apesar de possuir elevado limite de quantificação (5 mg/L), o que a torna inadequada para muitas análises de solo. Finalmente, o método turbidimétrico com nitrato de prata consegue aliar a vantagem da simplicidade e baixo custo, com a de um limite de quantificação razoável (0,25 mg/L), adequado para a análise de solos.

2. Objetivos

O objetivo deste trabalho foi desenvolver a etapa de lixiviação com água, assistida por ultrassom, de um material de referência certificado de solo (MRC) para a posterior análise de cloreto pelo método turbidimétrico. Um planejamento estatístico Doehlert foi realizado para otimizar o tempo e a temperatura de lixiviação.

3. Material e Métodos

Para este trabalho, utilizou-se o material de referência certificado de solo SO-2, produzido pelo CANMET. Para as lixiviações, exatamente 0,5000 g do MRC foi medido em frasco de vidro, onde foram adicionados 30 mL de água deionizada. O frasco foi fechado com tampa e a mistura foi aquecida e sonicada a uma determinada temperatura (40, 50, 60, 70 ou 80°C) e tempo (30, 45 ou 60 min). Ao término da lixiviação, a mistura foi transferida para tubo de polipropileno de 50 mL, centrifugada a 4500 rpm por 15 min e finalmente filtrada em filtro de 0,45 µm de porosidade. Esta solução filtrada foi utilizada para a determinação de cloreto por turbidimetria.

4. Resultados e Discussão

Tabela 1. Resultados e condições experimentais dos 9 experimentos realizados para o planejamento Doehlert.

Experimento	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Rec de cloreto (%)
1	80	45	92,9
2	40	45	56,2
3	70	60	85,5
4	50	60	67,2
5	70	30	89,2
6	50	30	81,9
7	60	45	63,6

Rec = recuperação de cloreto

Os resultados exibidos na Tabela 1 indicaram que as recuperações de cloreto variaram entre um mínimo de 56,2% (experimento 2) até um máximo de 92,9% (experimento 1). Recuperações satisfatórias (acima de 85%) foram obtidas sempre que a temperatura de lixiviação era superior a 70°C, independentemente do tempo de lixiviação empregado (experimentos 1, 3 e 5). Estes resultados sugeriram que a temperatura de lixiviação desempenhou um papel importante na recuperação de cloreto e que o tempo não foi um fator tão significativo. Comportamento semelhante foi observado quando os experimentos cuja recuperação de cloreto estava abaixo de 85% foram avaliados. A modelagem dos dados experimentais apresentou coeficiente de determinação satisfatório e igual a 0,983, sugerindo que o modelo foi adequado para prever a resposta. A superfície de resposta confirmou que para um tempo fixo de lixiviação, o aumento da temperatura provocou um aumento considerável na recuperação de cloreto. Observou-se também que para uma dada temperatura de lixiviação fixa, as maiores recuperações ocorreram para os menores ou maiores tempos (30 ou 60 minutos). A partir destes resultados, pode-se propor que o procedimento de lixiviação para determinação de cloreto seja realizado a 80°C por um período de 30 ou 60 minutos. Em ambas as situações, a recuperação de cloreto estimada pelo modelo foi de 100%.

5. Conclusão

Um método de lixiviação assistida por ultrassom para a determinação de cloreto por turbidimetria em amostra de solo foi desenvolvido e otimizado. O método proposto mostrou-se exato, possibilitando recuperações de 100% em várias condições experimentais. A modelagem dos dados através do planejamento Doehlert indicou que o modelo foi adequado para prever a resposta ($R^2=0,983$) e que foi possível atingir recuperações de cloreto iguais a 100%, quando a temperatura de lixiviação era de 80°C e o tempo igual a 30 ou 60 minutos.

6. Agradecimentos

Ao CETEM pela oportunidade e ao CNPq pela concessão da bolsa PCI

7. Referências Bibliográficas

MESQUITA, R.B.R.; FERNANDES, S.M.V.; RANGEL, A.O.S.S. **Turbidimetric determination of chloride in different types of water using a single sequential injection analysis system.** Journal of Environmental Monitoring, v.4,p. 458–461, 2002.

MENDES, A. M. S. **Introdução a fertilizade do solo** – curso de manejo e conservação do solo e da água , superintendência Federal de agricultura, pecuária e abastecimento do Estado da Bahia – SFA – 2007. Embrapa Semi-Árido.