

Avaliação da influência do método de abertura de amostras sólidas orgânicas na determinação de fósforo total empregando métodos espectrofotométricos.

Rogério Marcos Dallago (PQ)^{1*}, Rogério Delanora (IC)¹, Valderi Luiz Dressler (PQ)²
Érico Marlon de Moraes Flores(PQ)²

¹Centro Tecnológico, Curso de Química, URI – Campus de Erechim, Av. Sete de Setembro, 1621, Erechim – RS – CEP. 99700-000 - dallago@uri.com.br

²Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Química, 97105-900, Santa Maria - RS

Palavras Chave: fósforo total, abertura de amostra, determinação colorimétrica.

Introdução

A caracterização química qualitativa e quantitativa dos nutrientes presentes em uma amostra envolve inúmeros processos analíticos, os quais podem apresentar variações em relação à amostragem, preparação da amostra e o sistema de análise. Para amostras sólidas torna-se necessário, na maioria das vezes, a sua conversão física e química, para que seja possível realizar as etapas subsequentes da análise em questão. A utilização dos processos de pré-tratamento, ainda hoje são objetos de estudo, e para alguns laboratórios de análises, eles precisam ser adaptados de forma a satisfazer tanto o custo-benefício, quanto à representatividade e confiabilidade do método. Neste contexto, este trabalho teve como objetivo avaliar diferentes metodologias de abertura de erva mate destinadas à análise espectrofotométrica do teor de fósforo total.

Resultados e Discussão

Foram avaliados oito (8) processos de abertura da amostra, sendo dois (2) por carbonização seca - realizados em forno mufla a 550 °C, e seis (6) por decomposição por via úmida, realizados em bloco digestor e termoreator, empregando diferentes reagentes oxidantes (H₂SO₄, HNO₃ e H₂O₂), tempo e temperatura de decomposição. O teor de fósforo presente no extrato líquido resultante de cada processo foi determinado através do método colorimétrico do ácido ascórbico (880 nm).

Inicialmente a amostra empregada como referência teve seu valor de fósforo total (0,11%) determinado por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, cuja metodologia foi validada com material de referência certificado (Citrus Leaves, NIST, SRM1572). Posteriormente, a amostra de erva mate foi submetida aos ensaios de decomposição descritos anteriormente, obtendo distintos valores para o teor de fósforo total (Tabela 1).

Três dos nove processos avaliados geraram resultados similares ao valor de referência. Dois deles obtidos através de decomposição seca e um a decomposição úmida. Com relação aos demais ensaios, todos geraram soluções translúcidas, indicando a total decomposição da amostra. No

entanto seus valores foram significativamente superiores aos valores de referência.

Tabela 1 - Teor de fósforo total e análise de custo e tempo.

Processo	Teor P (%)	Desvio Padrão	Tempo (horas)	Consumo de energia (W)
Mufla	0,110	0,003	4,5	16400
Mufla	0,091	0,024	6,5	31200
TR ₁	0,761	0,021	2	600
TR ₂	0,442	0,015	2	600
TR ₃	0,424	0,017	2	600
BD ₁	0,096	0,010	5	7350
BD ₂	0,835	0,038	2	3000
BD ₃	0,799	0,037	2	3000

TR- Termoreator, BD- Bloco digestor

Em comum aos 6 ensaios, além das baixas temperaturas de decomposição foi o emprego de H₂O₂ como agente oxidante auxiliar. Novos ensaios foram refeitos com o bloco digestor (BD₂*) e o termoreator (TR₂*), empregando as mesmas condições experimentais, mas adicionando HNO₃ ao final do processo, com o objetivo de eliminar possíveis traços de H₂O₂ residual. Os resultados de fósforo total obtidos para estes novos ensaios, 0,114 e 0,101% respectivamente, foram similares ao valor de referência, indicando que o H₂O₂, quando presente ao final do processo de decomposição, interfere na reação de formação de cor do método do ácido ascórbico, proporcionando erros significativos na determinação de fósforo total. Outro fator a ser ressaltado é o tempo necessário para o preparo da amostra e o consumo de energia entre os processos avaliados (Tabela 1).

Conclusões

Os resultados demonstraram que a etapa de abertura da amostra para a determinação de fósforo pode ser uma significativa fonte de erro. No caso em questão, a adição de H₂O₂ é o principal fator a ser considerado na determinação de fósforo total empregando o método colorimétrico do ácido ascórbico, em ensaios realizados empregando baixas temperaturas de digestão.

Agradecimentos

URI-campus de Erechim

¹ VOGEL. *Química Analítica Quantitativa*, 6º ed., LTC. Rio de Janeiro, 2002.

² Harris, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 5 ed., LTC. Rio de Janeiro, 2001.

³ Cavicchioli, A. e Gutz, I. G. R., *Quim. Nova*, vol. 26, 913, 2003