

Determinação de sulfato em amostra vegetal utilizando digestão alcalina empregando multicomutação em fluxo e detecção por turbidimetria

Alexsandra L. R. M. Rossete (PG)^{1*}, Mário A. Feres (PG)², Boaventura F. dos Reis (PQ)², José A. Bendassolli (PQ)¹. * alosset@cena.usp.br

Centro de Energia Nuclear Agricultura (CENA-USP), 1-Laboratório de Isótopos Estáveis, 2-Laboratório de Química analítica, Cx Postal 96, CEP 13400-970, Piracicaba - São Paulo.

Palavras Chave: Sulfato, turbidimetria, multicomutação.

Introdução

O enxofre tem papel essencial no metabolismo das plantas sendo um dos principais nutrientes. Sua determinação é necessária para os estudos de nutrição de plantas. O procedimento mais utilizado para preparação de amostra vegetal é baseado na digestão ácida usando HNO_3 e HClO_4 ⁽¹⁾. Este método requer muito cuidado, pois pode ocorrer explosões, causando perda de material, além do risco para o pessoal envolvido. Neste trabalho foi avaliada a viabilidade de empregar digestão por via seca, a qual oferece menor risco operacional. O procedimento de determinação foi baseado na reação com cloreto de bário e detecção por turbidimetria. Este procedimento tem sido usando em amostras preparadas em meio ácido. No presente trabalho, as amostras foram preparadas em meio alcalino. O procedimento de quantificação foi automatizado empregando o processo de multicomutação em fluxo⁽²⁾. O módulo de análise compreendia 5 válvulas solenóides, controladas por microcomputador.

Experimental

As amostras foram preparadas pesando-se 500 mg de amostra vegetal juntamente com 2,0 g de NaHCO_3 e 0,2 g de Ag_2O e colocadas em cápsulas de porcelana. A combustão foi realizada em mufla a 550 °C por 8 horas. A solubilização do enxofre foi efetuada com 50 mL de solução de CaCl_2 0,15%. O enxofre (SO_4) foi determinado por turbidimetria empregando o módulo de análise mostrada na figura 1.

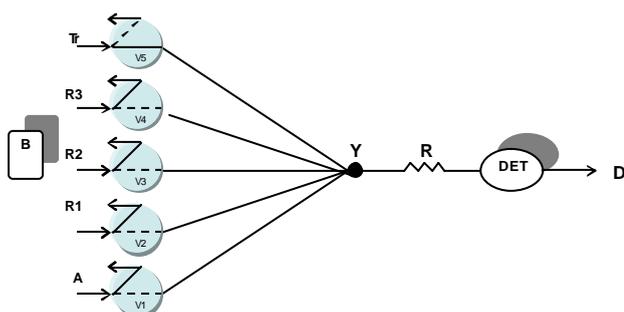


Figura 1. Diagrama de fluxo do módulo de análise. A = solução de amostra; R_1 = solução 20 mg L^{-1} de S-SO_4^{2-} ; R_2 = solução de BaCl_2 10%; R_3 = solução de EDTA 0,3% em 0,2 mol L^{-1} de NaOH ; Tr = solução de HCl 0,1 mol L^{-1} ; Y = confluência; R = bobina de reação (100 cm); B = bomba peristáltica; DET = Espectrofotômetro (410 nm); D = descarte.

Resultados e Discussão

A reação de precipitação ocorre em pH em torno de 2. O pH do digerido era em torno de 14. A acidificação da amostra foi realizada com HCl 7,0 mol L^{-1} fora do módulo de análise, pois ocorria liberação de grande quantidade CO_2 . Em sistemas em fluxo ocorre a deposição de precipitado nas paredes da bobina de reação e na cela de fluxo, sendo necessário a adição de um fluxo de EDTA em meio alcalino para dissolver o precipitado. Então, o módulo de análise foi desenvolvido para efetuar estas etapas de forma automática.

Após a otimização o sistema apresentou as seguintes características: resposta linear de 2,5 a 20 mg L^{-1} de S-SO_4^{2-} , ($R = 0,998$; $n = 5$); desvio padrão de 0,5% ($n = 5$); frequência de amostragem de 45 determinações por hora; limite de detecção 2,14 mg L^{-1} de S-SO_4^{2-} . Os resultados foram concordantes com os obtidos pelo método manual em nível de confiança de 95 %.

Conclusões

O processo de digestão alcalina é mais rápido e simples em relação à digestão ácida. O módulo de análise é fácil de operar e não apresentou variação significativa ao longo do tempo.

Agradecimentos

Ao CENA e a FAPESP.

¹Page, A. L. Methods of Soil Analysis, Chemical and Microbiological Properties. 2° Ed., Madison, 1982, 501.

² Reis, B. F.; Gine, M. F.; Zagatto, E. A. G.; Lima, J. L. F. C. e Lapa, R. A.. *Anal. Chem. Acta* 1994, 293, 129.