

DETERMINAÇÃO POTENCIOMÉTRICA DO BORO, SOLÚVEL EM ÁGUA, EM FERTILIZANTES *

J. C. ALCARDE **

R. A. CATANI **

O. S. SOUZA ***

RESUMO

O presente trabalho descreve os estudos desenvolvidos com o objetivo de adaptar o método volumétrico de determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, à técnica da titulação potenciométrica, usada na determinação do boro, solúvel em ácido, em fertilizantes.

Os resultados mostraram que o método estudado é dotado de precisão e exatidão satisfatórias, comparáveis as do método volumétrico de determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, baseado na titulação comum. O referido método possibilita simplificar, em parte, o aparelhamento de laboratório necessário para a determinação do boro, solúvel em água e solúvel em ácido, em fertilizantes.

INTRODUÇÃO

Em fertilizantes, o boro é determinado principalmente sob duas formas: solúvel em água e solúvel em ácido.

Os métodos mais empregados para a determinação dessas formas de boro em fertilizantes são volumétricos, baseados na titulação do ácido bórico ou borato com uma solução padronizada de NaOH, em presença de manitol (BORLAND, BROWNLIE & GODDEN, 1967; OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE A.O.A.C., 1965 e 1970). Recentemente esses métodos foram objeto de estudo por ALCARDE, CATANI & KROLL (1971) e ALCARDE, CATANI & SOUZA (1972 a e b).

Apesar dos métodos de determinação dessas duas formas de boro terem o mesmo fundamento, empregam soluções padronizadas de NaOH, livre de CO₂, de concentrações diferentes e, enquanto na

* Entregue para publicação em 3/1/1973.

** Departamento de Química da E.S.A. "Luiz de Queiroz".

*** Bolsista da MANAH.

determinação do boro solúvel em água a técnica de titulação empregada é a comum, na determinação do boro solúvel em ácido a titulação é potenciométrica.

Isso implica na necessidade do preparo periódico de duas soluções padronizadas de NaOH, livre de CO₂, de concentrações diferentes, o que é relativamente trabalhoso e demorado, e acarreta também a necessidade de se ter, separadamente, dois conjuntos para titulação.

O presente trabalho foi desenvolvido com o simples objetivo de adaptar o método de determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, descrito por ALCARDE, CATANI & KROLL (1971), à técnica da titulação potenciométrica usada na determinação do boro, solúvel em ácido, em fertilizantes, descrito por ALCARDE, CATANI & SOUZA, 1972b. Assim ter-se-ia uma única solução padronizada de NaOH, livre de CO₂, e um único conjunto de titulação para a determinação das duas referidas formas de boro.

MATERIAL E MÉTODOS

Material

O material constou de quatro misturas de fertilizantes. Duas delas, caracterizadas como M₁ e M₂, foram preparadas em laboratório, a partir de fertilizantes simples comerciais e cuja composição está descrito no quadro 1. A fórmula aproximada da mistura M₁ é 5,5 — 17 — 12 e da mistura M₂ é 3,5 — 20 — 12. Outras duas, identificadas como M₃ e M₄, constituíram-se de produtos comerciais com as seguintes fórmulas: M₃ (5 — 15 — 9) e M₄ (12 — 6 — 10). Das misturas M₃ e M₄ foram preparadas amostras contendo, aproximadamente, 1,5% — 3% e 6% de H₃BO₃, pela adição de ácido bórico p.a.

QUADRO 1 — Composição das misturas M₁ e M₂ de fertilizantes, preparadas em laboratório.

Componentes	Porcentagem de cada componente	
	M ₁	M ₂
Superfosfatato simples	20	30
Superfosfato triplo	30	30
Cloreto de potássio	20	20
Salitre do Chile	10	10
Sulfato de amônio	20	10

Reativos

Os reativos necessários são os mesmos descritos por ALCARDE, CATANI & KROLL (1971) e ALCARDE, CATANI & SOUZA (1972b).

Métodos

Determinação do boro, solúvel em água, pela técnica da titulação comum

O método empregado foi o descrito por ALCARDE, CATANI & KROLL (1971).

Determinação do boro, solúvel em água, pela técnica da titulação potenciométrica

a) Pesar 1,000 g da amostra finamente moída, transferir para copo de 250 ml e adicionar 125 ml de água destilada.

b) Ferver vagorosamente por 10 minutos e filtrar quente por papel de filtro S&S 589, faixa branca, recebendo o filtrado num copo de 400 ml. Lavar os sólidos com 6 porções de água destilada quente.

c) Aquecer o filtrado até início de ebulição e adicionar 5 ml de solução de $BaCl_2$ a 12%, para precipitar fosfato e sulfato. Adicionar 4 gotas de solução de fenolftaleína a 1% e $Ba(OH)_2$, pulverizado ou de uma solução saturada, até a solução adquirir a cor rósea da fenolftaleína. O volume da solução deve estar por volta de 200 ml.

d) Ferver com o copo aberto por, no mínimo, 30 minutos, para eliminar NH_3 .

e) Filtrar por papel de filtro S&S 589, faixa branca, para copo de 400 ml, lavando o copo e o precipitado com 5 porções de 10 ml de água destilada quente.

f) Adicionar ao filtrado solução de HCl 0,5 N até desaparecer a cor rósea, juntar 5 gotas de solução de vermelho de metila a 0,1% e continuar a adição do ácido até a obtenção da cor rósea desse indicador. Adicionar 0,5 ml de excesso do ácido. O volume da solução deve ser feito, a, aproximadamente, 200 ml.

g) Adicionar 4-5 pedras "boileezers", cobrir com vidro de relógio e ferver lentamente por 5 minutos para eliminar CO_2 . Esfriar à temperatura ambiente.

h) Neutralizar a solução com solução de $NaOH$ 0,5 N, livre de CO_2 , até obter a cor alaranjada do vermelho de metila e levar o

copo para o conjunto de titulação, mergulhando o agitador e os eletrodos.

i) Ligar o agitador e o potenciômetro e ajustar o pH da solução a exatamente 6,30 pela adição de solução de NaOH 0,025 N, livre de CO₂, ou de HCl 0,02 N, conforme o caso. Quando devidamente ajustado, o pH deve ser invariável.

j) Adicionar 6,0 g de manitol, esperar dissolver e titular com a solução padronizada de NaOH ($\pm 0,025$ N), livre de CO₂, até o pH 8,0. Anotar o volume gasto.

k) Desenvolver uma prova em branco.

RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

Comparação entre o método baseado na técnica da titulação potenciométrica e o baseado na técnica da titulação comum.

Neste estudo foram usadas as misturas M₃ e M₄ contendo, aproximadamente, 1,5 — 3 e 6% de H₃BO₃, p.a., adicionado a cada uma. O conteúdo de boro, solúvel em água, dessas amostras foi determinado pelo método baseado na técnica da titulação comum e pelo baseado na técnica da titulação potenciométrica. Os resultados estão descritos no quadro 2.

O exame dos dados do quadro 2 permitem concluir que os métodos de determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, baseados nas técnicas de titulação comum e potenciométrica, são comparáveis.

QUADRO 2. — Resultados da determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, pelos métodos baseados nas técnicas de titulação comum e potenciométrica. Média de 5 repetições.

Amostras	% de B determinada		% de H ₃ BO ₃ determinada	
	comum Titulação	Titulação potenciométrica	Titulação comum	Titulação potenciométrica
M ₃ + 1,5% H ₃ BO ₃	0,24 \pm 0,003	0,27 \pm 0,003	1,38 \pm 0,019	1,58 \pm 0,018
M ₃ + 3 % H ₃ BO ₃	0,48 \pm 0,003	0,52 \pm 0,003	2,75 \pm 0,017	2,95 \pm 0,016
M ₃ + 6 % H ₃ BO ₃	0,98 \pm 0,003	1,01 \pm 0,002	5,63 \pm 0,016	5,77 \pm 0,011
M ₄ + 1,5% H ₃ BO ₃	0,28 \pm 0,003	0,26 \pm 0,004	1,63 \pm 0,016	1,51 \pm 0,023
M ₄ + 3 % H ₃ BO ₃	0,53 \pm 0,003	0,52 \pm 0,005	3,00 \pm 0,015	2,99 \pm 0,025
M ₄ + 6 % H ₃ BO ₃	1,05 \pm 0,003	1,05 \pm 0,005	5,98 \pm 0,015	6,02 \pm 0,025

Ensaio de recuperação

O método baseado na técnica da titulação potenciométrica foi submetido a um ensaio de recuperação, a fim de avaliar sua exatidão. Tal estudo foi desenvolvido usando as misturas M_1 e M_2 , às quais foram adicionadas quantidades variáveis e conhecidas de uma solução padrão de H_3BO_3 , p.a., sobre as amostras após terem sido pesadas. Os resultados acham-se descritos no quadro 3.

QUADRO 3. — Resultados do ensaio de recuperação apresentado pelo método baseado na titulação potenciométrica. Média de 3 repetições.

Amostras	mg de B			mg de H_3BO_3		
	colocado	determ.	% recup.	colocado	determ.	% recup.
M_1	0,0	0,5	—	0,0	2,7	—
M_1	2,7	3,2	100,0	15,5	18,2	100,0
M_1	10,8	11,1	98,2	61,8	63,3	98,1
M_2	0,0	0,4	—	0,0	2,2	—
M_2	2,7	3,1	100,0	15,5	17,6	99,4
M_3	10,8	11,0	98,2	61,8	62,8	98,1

Estes resultados estão demonstrando que o boro adicionado às misturas foi satisfatoriamente recuperado, e, conseqüentemente, que o método é dotado de exatidão adequada.

CONCLUSÕES

Os estudos efetuados no presente trabalho permitiram as seguintes conclusões:

a) O método de determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes, baseado na técnica da titulação potenciométrica, é dotado de precisão e exatidão satisfatórias, comparáveis as do método baseado na titulação comum.

b) O método em apreço simplifica, em parte, o aparelhamento de laboratório necessário para a determinação do boro, solúvel em água o solúvel em ácido, em fertilizantes, pois vem possibilitar o uso

de um único conjunto de titulação e uma única solução padronizada de NaOH livre de CO₂.

SUMMARY

POTENTIOMETRIC DETERMINATION OF BORON SOLUBLE IN WATER IN FERTILIZERS.

This paper deals on the adaptation of the volumetric determination of boron soluble in water in fertilizers, to the potentiometric titration technique, used in the determination of boron soluble in acid, in the same materials.

The results allowed to conclude that the method presents suitable precision and accuracy, comparable to the volumetric method based on the common titration.

LITERATURA CITADA

- ALCARDE, J. C., R. A. CATANI, F. M. KROLJ, 1971 — Determinação do boro, solúvel em água, em fertilizantes. Anais da ESALQ, 28:287-296.
- ALCARDE, J. C., R. A. CATANI & O. S. SOUZA, 1972a — Determinação volumétrica do boro em fertilizantes. Estudos sobre a quantidade de manitol. No prelo dos Anais da ESALQ, — vol. 29.
- ALCARDE, J. C., R. A. CATANI & O. S. SOUZA, 1972b — Determinação do boro, solúvel em ácido, em fertilizantes. No prelo dos Anais da ESALQ, volume 29.
- BORLAND, H. I. A. BROWNLIE & P. T. GODDEN, 1967 — The determination of boron in fertilizers. Analyst 92:47-53.
- OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE A.O.A.C., 1965 — 10th ed., p. 24-25. Published by Ass. of Off. Anal. Chem., Washington. D.C.
- OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE A.O.A.C., 1970 — 11th ed., p. 24-25. Published by Ass. of Off. Anal. Chem., Washington, D.C.