

DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO EM COMPOSTOS ORGÂNICOS APLICADO AO ENSINO DE ENGENHARIA AMBIENTAL E SANITÁRIA

WILLIAM TERRA NEVES¹; MATHEUS FRANCISCO DA PAZ²; NICOLE FERNANDES DA SILVA³; MIGUEL FUENTES GUEVARA⁴; LUCIARA BILHALVA CORRÊA⁵; ÉRICO KUNDE CORRÊA⁶

¹Centro de Engenharias – Universidade Federal de Pelotas – williamterraneves@yahoo.com.br

²Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial – Universidade Federal de Pelotas – matheusfdapaz@hotmail.com

³Centro de Engenharias – Universidade Federal de Pelotas – nicolefernades1995@gmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – miguelfuge@hotmail.com

⁵Centro de Engenharias – Universidade Federal de Pelotas – luciarabc@gmail.com

⁶Centro de Engenharias – Universidade Federal de Pelotas – ericokundecorrea@yahoo.com.br

1. INTRODUÇÃO

Para uma formação adequada de profissionais de qualidade e de capacitação elevada, principalmente em cursos de engenharia, se faz necessário a prática de atividades laboratoriais para o exercício de preparação de análises e procedimentos técnicos (BORGES, 1997). Sendo assim, o NEPERS (Núcleo de Educação, Pesquisa e Extensão em Resíduos e Sustentabilidade), grupo de pesquisadores formado por diversos colaboradores contendo alunos de graduação, pós-graduandos, professores e técnicos, atua em diversas pesquisas relacionadas a área de resíduos sólidos e educação ambiental. Um tipo de análise que o NEPERS tem interesse de efetuar é a de fósforo em compostos orgânicos. O fósforo é um elemento que está presente nos ácidos nucleicos (RNA) e (DNA), é componente de ossos e dentes, além de ser importante e fundamental na transferência de caracteres no processo de reprodução dos seres humanos (BRAGA et al., 2005).

O fósforo aparece nos organismos em proporção muito superior aos outros elementos quando comparado com sua participação nas fontes primárias. Esse fato justifica a importância ecológica do fósforo e sugere que esse elemento é provavelmente o fator mais limitante à produtividade primária (KORMONDY, 1976; BRAGA et al., 2005).

O objetivo desse trabalho é a análise e adaptação do método de determinação de fósforo para compostos orgânicos de modo a ser implementado no laboratório do NEPERS, contribuindo para o desenvolvimento do conhecimento dos alunos de graduação, pós-graduação, professores e técnicos atuantes no local.

2. METODOLOGIA

Foram feitas pesquisas em artigos científicos, manuais e métodos disponíveis e foi selecionado o método que apresentou menores custos de reagentes, menores etapas de preparo e facilidade de manuseio, para que assim o ensino da técnica fosse facilitado. Foram realizados testes preliminares e técnicas de preparo de amostras. As informações foram compiladas, e, através de reunião junto aos professores e pós-graduandos, foi determinado as etapas do método em análise, de modo a ser disponibilizado para todos no guia de métodos presente no laboratório para consulta dos demais integrantes do grupo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O método selecionado para ser desenvolvido e adaptado no NEPERS foi o método do extrator duplo ácido (Mehlich-1), segundo TEDESCO (1995). O método consiste primeiramente na preparação das soluções P-A, P-B e P-C descritas asseguir:

Preparo de 1 L de solução P-A (HCl 0,05M + H_2SO_4 0,0125M): Em um balão volumétrico de 1000 mL adicionou-se 250 mL de água destilada, em seguida foi adicionado 4,1 mL de HCl concentrado e 0,7 mL de H_2SO_4 concentrado. O volume foi completado com água destilada e agitou-se bem para uma perfeita homogeneização.

Preparo de 2,5 L de solução P-B (HCl 0,87M e $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0,38%): Foi dissolvido 9,5g de molibdato de amônio em aproximadamente 375 mL de água destilada previamente aquecida a 60°C em um copo Becker de 500 mL, o volume foi completado com água destilada até 500 mL. Em seguida deixou-se esfriar e foi transferido para um balão volumétrico. Em um copo Becker de 500 mL, foi adicionado aproximadamente 200 mL de água destilada e em seguida 177 mL de HCl concentrado e agitou-se, o volume foi completado com água destilada até 500 mL. As soluções de molibdato de amônio e HCl foram transferidas para um recipiente de no mínimo 2,5 L e agitou-se. Houve a adição de 1,5 L de água destilada e agitou-se a solução para uma perfeita homogeneização.

Preparo da solução P-C: Foi preparado o pó redutor, misturando e triturando os seguintes reagentes: 2,5g de ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfônico, 5g de sulfito de sódio (Na_2SO_3) e 146g de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$). Guardar o pó redutor em vidro fosco, envolto com folha de alumínio por no máximo 40 dias. Foi dissolvido 32g do pó redutor em 200 mL de água destilada morna ($50\text{-}60^\circ\text{C}$) em um copo de Becker. Transferir para um vidro escuro e deixar em repouso até cristalizar. A cristalização demora de 3 a 6 dias. Depois de cristalizado pode ser filtrado. Nova solução deve ser preparada a cada 3 semanas. Nesta etapa, aprendeu-se a utilização de reagentes tóxicos e corrosivos, utilização devida de EPIs (Equipamento de Proteção Individual) e equipamentos como balança analítica, com conhecimento de vidrarias volumétricas e não volumétricas, além de vivenciar contato com alunos de pós-graduação.

Em seguida existe a necessidade da elaboração de uma curva padrão de fósforo, para isso é necessário preparar padrões de trabalho que serão analisados no espectrofotômetro, envolvendo a diluição de 2,196g de KH_2PO_4 em 1 L de solução P-A, formando um padrão único concentrado, desse padrão concentrado deve ser retirado 100 mL, para ser diluído em 400 mL de solução P-A, criando um padrão único diluído. Depois pipetar alíquotas de 0,0 - 10 - 20 - 35 - 50 - 75 e 100 mL do padrão único diluído para balões volumétricos de 1000 mL. Completar o volume com solução P-A. Estes são os padrões de trabalho e contêm respectivamente 0,0 - 1,0 - 2,0 - 3,5 - 5,0 - 7,5 e 10 mg/L de fósforo. Por fim, pipetar 3 mL dos padrões de trabalho, adicionar 3 mL de solução P-B e 3 gotas de solução P-C. Agitar e determinar a absorbância a 660nm no espectrofotômetro após 15 minutos. Estes padrões contêm 0,0 - 0,5 - 1,0 - 1,75 - 2,5 - 3,75 e 5,0 mg/L de fósforo, formando a curva padrão. Nesta etapa foi adquirido conhecimentos de diluições, uso de equipamento como o espectrofotômetro e manutenção de cubetas de vidro.

A última etapa antes da determinação do fósforo é a digestão das amostras, para isso é necessário a preparação de uma mistura de digestão que foi misturada e triturada contendo 100g de Na_2SO_4 , 10g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e 2,2g de

selenito de sódio. Em seguida pesar 0,2g da amostra do composto orgânico a ser analisado e colocar em tubo de digestão seco, foi adicionado 0,7g da mistura de digestão e em seguida dentro da capela foi adicionado vagarosamente 1 mL de H_2O_2 e 2 mL de H_2SO_4 concentrado, a reação é rápida. Foi colocado no bloco digestor a 160-180°C até evaporar a água. A temperatura foi elevada até 350-375°C. Após clarear (cor amarelo-esverdeado) manter esta temperatura por uma hora. Retirar os frascos do bloco e deixar esfriar. Completar o volume com água destilada até 50 mL e agitar. Houve o transferimento para frascos “snap-cap” e deixados para decantar algumas horas antes de retirar as alíquotas para as determinações de fósforo.

Para finalizar, foi transferida uma alíquota de 1 mL do extrato da digestão para copo de Becker, adicionou-se 2 mL de água destilada, 3 mL de solução P-B e 3 gotas de solução P-C. Agitou-se e foi determinada a absorbância em 660nm no espectrofotômetro após 15 minutos. Com isso temos a determinação do fósforo presente no composto orgânico quando compararmos com a curva padrão.

4. CONCLUSÕES

O método de Mehlich é eficiente não somente para a determinação de fósforo para compostos orgânicos, mas também com o ensino de preparo de soluções, utilização de vidrarias, reagentes corrosivos e tóxicos, elaboração de curva padrão e utilização de espectrofotômetro. Portanto, pode-se concluir que este método é uma ferramenta fundamental para o ensino da engenharia aplicado a atividades laboratoriais.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BORGES, A.T., O Papel do laboratório no ensino de Ciências. **Atas do I ENPEC**, Águas de Lindóia S.P, Novembro, 1997.

BRAGA, B.; HESPANHOL, I.; CONEJO, J.; MIERZWA, J.; BARROS, M.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S. **Introdução à Engenharia Ambiental: O desafio do desenvolvimento sustentável**. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2005.

KORMONDY, E.D. **Concepts of ecology**. 2. Ed. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, Inc., 1976.

TEDESCO, M.J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S.J. **Análises de Solo, Plantas e Outros Materiais**. Boletim Técnico. 2d. Departamento de Solos – Faculdade de Agronomia – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1995.