

ANÁLISE QUÍMICA DO SULFATO DE POTÁSSIO E MAGNÉSIO: ESTUDO E SIMPLIFICAÇÃO DOS PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

J.C. Alcarde¹

INTRODUÇÃO

Diversos minerais têm como constituinte o sulfato de potássio e magnésio: a langbeinita, $K_2SO_4 \cdot 2MgSO_4$; a leonita, $K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 4H_2O$; e a schoenita, $K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 6H_2O$. Em virtude de conterem três nutrientes vegetais em forma solúvel e com apreciáveis concentrações, o potássio, o magnésio e o enxofre, esses produtos são empregados como fertilizante (MALAVOLTA, 1967). Porém, dentre esses minerais, a langbeinita é o que tem maior uso no Brasil, atualmente.

A exemplo do cloreto de potássio, o sulfato de potássio e magnésio apresenta alta solubilidade em água. No entanto, a sua velocidade de dissolução é bem mais lenta do que a do cloreto, sendo a deste quase instantânea. Esse fato tem gerado diversos problemas analíticos em relação ao sulfato de potássio e magnésio. Isto porque na análise química desse produto têm sido utilizadas simplificações no procedimento do preparo da amostra e do extrato para análise, que são possíveis no caso do cloreto de potássio, mas não no caso do sulfato de potássio e magnésio. Tais simplificações referem-se à dispensa da moagem da amostra e, no método fotométrico de chama, à dispensa da fervura no preparo do extrato.

Tratando-se de um produto de características químicas simples e solúvel em água, levantou-se também a hipótese de se introduzir modificações na metodologia oficial (BRASIL, 1982), no sentido de dinamizar a análise desse produto, isto é, de utilizar um único extrato para as determinações do potássio, do magnésio e do enxofre

¹ Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", USP, Piracicaba, SP.

e de as determinações serem feitas por métodos mais simples.

Assim, o objetivo do presente trabalho foi o de estudar e simplificar alguns procedimentos utilizados na análise do sulfato de potássio e magnésio (langbeinita).

MATERIAL E MÉTODOS

Foram usadas duas amostras de sulfato de potássio e magnésio, de diferentes granulometrias, isto é, uma grossa e conhecida no mercado como "coarse", a outra mais fina, conhecida como "standard".

Nessas amostras foram determinados o potássio, o magnésio e o enxofre, com os métodos oficiais da legislação brasileira (BRASIL, 1982) e com métodos simplificados.

As simplificações introduzidas nos métodos oficiais foram:

1. Preparo de um extrato único para as determinações do potássio, do magnésio e do enxofre: ferveram-se lentamente 2,5000 g da amostra, moída e passada em peneira nº 20 (ABNT), com 100 ml de água destilada, durante dez minutos, filtrou-se e diluiu-se a 250 ml.

2. Determinação do potássio:

a) Método volumétrico do tetrafenilborato de sódio (TFBS): foram transferidos 10 ml do extrato para balaço de 100 ml, acrescentados 2 ml de solução de NaOH a 20%, exatamente 25 ml de solução padrão de TFBS e o volume foi completado; após dez minutos, filtrou-se e titulou-se 50 ml do filtrado de acordo com o item f do método oficial; calculou-se a porcentagem de K_2O pela expressão:

$$\%K_2O = F_2 [25 - (2 \times V \times F_1)]$$

onde, F_2 = mg de K_2O por ml da solução de TFBS; V = volume (ml) de solução padrão de cloreto de Zefiran (CZ) gasto na titulação; F_1 = ml de solução do TFBS equivalente a 1 ml da solução de CZ.

b) Método fotométrico de chama: utilizou-se o método oficial, diluindo 25 ml do extrato a 250 ml (solução A) e rediluído 20 ml dessa solução A a 250 ml; calculou-se a porcentagem de K_2O pela expressão:

$$\% K_2O = 0,25 \times L$$

sendo, L = leitura obtida.

3. Determinação do magnésio

a) Método quelatométrico do EDTA: determinou-se o cálcio transferindo 100 ml do extrato para erlenmeyer, acrescentando-se 5 ml de solução de KOH-KCN, duas gotas de trietanolamina, seis gotas de solução do indicador calcon e titulando com solução padrão 0,010 M de EDTA. O cálcio mais magnésio foram determinados transferindo-se 5 ml do extrato para erlenmeyer, acrescentando-se 2 ml de solução tampão pH = 10, duas gotas de trietanolamina, 6-8 gotas de solução do indicador eriocromo negro T e titulando com solução padrão 0,010 M de EDTA; calculou-se a porcentagem de Mg pela expressão:

$$\%Mg = (V_2 - \frac{V_1}{20}) \times 0,4862$$

sendo, V_2 = volume (ml) da solução padrão de EDTA gasto na titulação do cálcio mais magnésio; V_1 = volume (ml) da solução padrão de EDTA gasto na titulação do cálcio.

b) Método gravimétrico do pirofosfato: transferiram-se 25 ml do extrato para copo de 250 ml, acrescentaram-se 70-80 ml de água destilada, cinco gotas de solução de HCl (1+4) e prosseguiu-se de acordo com o método oficial a partir do ítem e, usando o indicador vermelho de metila; calculou-se a porcentagem de Mg pela expressão:

$$\%Mg = 87,388 \times p$$

sendo, p = massa (g) do precipitado ($Mg_2P_2O_7$) obtido.

4. Determinação do enxofre (sulfato), pelo método gravimétrico do sulfato de bário: transferiram-se 50 ml do extrato para copo de 250 ml, acrescentaram-se 10 ml de solução de HNO_3 (1+1) e prosseguiu-se de acordo com o método oficial a partir do ítem g; calculou-se a porcentagem de S pela expressão:

$\%S = 27,48 \times p$
sendo, p = massa (g) do precipitado ($BaSO_4$) obtido.

Os reagentes utilizados nesses métodos simplificados são os mesmos utilizados nos respectivos métodos oficiais (BRASIL, 1982).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos estão descritos no quadro 1.

Os resultados da determinação do potássio evidenciam a importância da moagem da amostra e principalmente da fervura no preparo do extrato para a análise. Isto porque no método do TF S oficial procede-se a uma fervura por 30 minutos e no método fotométrico de chama é de apenas 5 minutos; e os resultados do método fotométrico de chama sem fervura foram significativamente inferiores, mostrando a importância dessa operação.

Por outro lado, os resultados do método fotométrico de chama oficial foram também inferiores aos do método do TFBS oficial, porém os resultados do método fotométrico de chama simplificado, onde se procede a uma fervura por 10 minutos, foram equivalentes aos resultados dos métodos do TFBS oficial e superiores aos do método fotométrico de chama oficial. Isso demonstra a insuficiência da fervura no método fotométrico de chama oficial.

Essa deficiência na extração não foi acusada pelo magnésio e pelo enxofre nos métodos oficiais porque nestes o extrato é preparado com fervura intensa.

Também a moagem da amostra é um fator importante na solubilização do sulfato de potássio e magnésio, conforme mostram os resultados da determinação do potássio pelo método fotométrico de chama com e sem moagem de amostra.

Quadro 1. Resultados das determinações do potássio, do magnésio e do enxofre no sulfato de potássio e magnésio. Média de três repetições.

DETERMINAÇÕES	Amostras			
	"Coarse"	n *	"Standard"	n *
	%			
Potássio (K₂O)				
TFBS - oficial	21,8 ± 0,11	0,19	21,9 ± 0,05	0,09
TFBS - simplif.	22,0 ± 0,03	0,05	21,9 ± 0,06	0,11
Fotom.chama - oficial	21,4 ± 0,07	0,13	21,5 ± 0,07	0,13
Fotom.chama - simplif.	21,8 ± 0,04	0,08	21,8 ± 0,04	0,08
Fotom.chama (1)	7,0 ± 0,04	0,08	8,6 ± 0,08	0,13
Fotom.chama (2)	19,9 ± 0,07	0,13	21,5 ± 0,07	0,13
Magnésio (Mg)				
Gravimétrico - oficial	11,4 ± 0,09	0,16	11,1 ± 0,05	0,09
Gravimétrico - simplif.	11,5 ± 0,08	0,13	11,2 ± 0,06	0,10
EDTA - simplif. (3)	11,3 ± 0,02	0,03	11,2 ± 0,02	0,03
Enxofre (S)				
Gravimétrico - oficial	22,4 ± 0,04	0,07	22,5 ± 0,03	0,06
Gravimétrico - simplif.	22,2 ± 0,06	0,09	22,2 ± 0,02	0,04

* Desvio padrão.

(1) Método oficial, mas sem a fervura no preparo do extrato; (2) Método oficial, mas sem a moagem a amostra; (3) os resultados da determinação do cálcio (X Ca) foram: 0,04 na amostra "coarse" e 0,06 na amostra "standard".

Finalmente, os métodos simplificados estudados, tanto para potássio como para magnésio e enxofre, mostraram-se equivalentes aos oficiais na exatidão e até superiores na precisão, visto que os desvios padrões dos métodos simplificados foram em geral menores.

CONCLUSÕES

Diante dos resultados apresentados pode-se concluir que, na análise química do sulfato de potássio e magnésio:

a) A moagem da amostra e a fervura, por, no mínimo, dez minutos, são fundamentais para a completa solubilização dos seus constituintes em água. Consequentemente, o método fotométrico de chama oficial de determinação do potássio está indicando um tempo de fervura insuficiente para a extração desse constituinte.

b) Os procedimentos simplificados indicados no presente trabalho para a determinação do potássio, do magnésio e do enxofre, utilizando um mesmo extrato, mostraram-se equivalentes aos métodos padrões brasileiros tanto na precisão como na exatidão e dinamizam a análise química desse produto.

RESUMO

Foram estudados alguns procedimentos utilizados na análise química do sulfato de potássio e magnésio (langbeinita), mineral utilizado como fertilizante, e propõe-se uma simplificação na análise desse produto. Os resultados evidenciaram que a moagem da amostra e a fervura, por no mínimo dez minutos, no preparo do extrato para a análise são fundamentais para a completa solubilização dos seus constituintes em água. As simplificações sugeridas para as determinações do potássio, do magnésio e do enxofre, com um mesmo extrato, proporcionaram resultados equivalentes aos dos métodos padrões brasileiros, tanto na precisão como na exatidão.

SUMMARY

CHEMICAL ANALYSIS OF POTASSIUM AND MAGNESIUM SULFATE: STUDY AND SIMPLIFICATION OF ANALYTICAL PROCEDURES

Some analytical procedures utilized in chemical analysis of potassium and magnesium sulfate (langbeinite) were studied and simplifications for analysis of this product are also suggested. In preparing the extract the results showed that grinding of the sample and the boiling for at least ten minutes are fundamentals for the complete solubilization of their components in water. The simplifications suggested for potassium, magnesium and sulfur determinations, using the same extract, presented precision and accuracy equivalent to that Brazilian standard methods.

LITERATURA CITADA

- BRASIL. Análise de corretivos, fertilizantes e inoculantes - Métodos oficiais. Ministério da Agricultura, Laboratório de Referência Vegetal (LANARV), 08/06/1982. (Portaria SNAD, 31).
- MALAVOLTA, E., 1967. Manual de Química Agrícola - Adubos e Adubação, 2ª edição, São Paulo, Biblioteca Agrônoma "Ceres", 606 p.