

6.4.3. Enxofre

6.4.3.2. Turbidimetria do sulfato de bário

A. Princípio do método

A determinação turbidimétrica do sulfato baseia-se na turbidez formada pela precipitação do enxofre pelo cloreto de bário, na forma de sulfato de bário, turbidez essa medida em colorímetro ou espectrofotômetro na forma de transmitância (T) ou absorvância (A ou D.O.).

B. Reagentes

- a. Solução-estoque de enxofre (contendo 1.000 ppm de S): e, balão volumétrico de 1.000 ml adicionar 5,434 g de K_2SO_4 p.a., seco em estufa, dissolver e completar o volume com água deionizada.
- b. Soluções-padrão de sulfato (0,0, 10,0, 15,0, 20,0, 25,0, 30,0, 40,0 e 50,0 ppm de S): em balões volumétricos de 100 ml acrescentar, respectivamente, 0,0, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 4,0 e 5,0 ml da solução-estoque de enxofre, completando, a seguir, o volume com água deionizada.
- c. Solução de HCl 6,0 N (contendo 20 ppm de enxofre): em balão volumétrico de 1.000 ml acrescentando aproximadamente 200 ml de água deionizada, em seguida 500 ml de HCl p.a. ($d=1,19$ g/l) e 0,1087 g de K_2SO_4 p.a., seco previamente em estufa. Agitar até dissolver o sal e completar o volume com água deionizada.
- d. Cristais de cloreto de bário ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$ - pureza 99%): devem ser utilizados obrigatoriamente cristais de cloreto de bário que passem pela peneira de 20 mesh e que fiquem retidos na peneira 20 e o que passou pela peneira 60;

condicionar o que passa na peneira 20 e fica retido na peneira 60 num frasco do tipo do próprio reativo original, para uso posterior.

C. Marcha analítica

6 a. Obtenção da curva-padrão

- (1) Em erlenmeyer de 125 ml ou em copo plástico tipo tronco cone com tampa de rosca adicionar 10 ml das soluções-padrão de sulfato (a prova em branco ou solução 0,0 ppm de S corresponde a 10 ml de água deionizada);
- (2) Em seguida, adicionar 1 ml da solução de HCl 6,0 N contendo 20 ppm de S;
- (3) Juntar cerca de 500 mg de cristais de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtidos conforme explicado no item (d) dos Reagentes às soluções e esperar cerca de um minuto sem agitar (a adição dos cristais pode ser feita utilizando-se um "tubinho" de vidro previamente calibrado e introduzido diretamente no frasco contendo esse reativo);
- (4) Agitar durante 30 segundos, dissolvendo os cristais, e fazer a leitura num prazo máximo de até (8) minutos após a adição do bário, num colorímetro ou espectrofotômetro a 420 nm, zerando a absorbância (A) com água deionizada (prova em branco);
- (5) Colocar em eixos coordenados as concentrações de enxofre na abscissa (de 0,0 a 50,0 $\mu\text{g S/ml}$) e na ordenada as leituras obtidas (absorbância = A).

OBSERVAÇÃO: Nesse processo podem ser analisadas até 11 (onze) amostras simultaneamente, atingindo um tempo total de cerca de seis minutos, desde a adição do $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ na prova em branco até a leitura da 11ª amostra, num espectrofotômetro dotado de um sistema em fluxo contínuo.

b. No extrato vegetal

- 7 (1) Tomar uma alíquota de 10,0 ml do extrato nítrico-perclórico (Extrato B) e transferir para erlenmeyer de 125 ml ou para copo plástico tipo tronco cone com tampa de rosca;
- 8 (2) Em seguida, proceder conforme o descrito para a obtenção da curva-padrão.

D. Cálculos

a . 0,500 g MS/50 ml

X1 ml onde X = 0,01 g de MS

b. 0,01 g MS C ——— (µg S/ml)

100 g MS ——— % S

$$\% S = \frac{10^2 \times C \times 10^{-6}}{10^{-2}} = .0,01 \times C$$

C = Concentração de fósforo no extrato (µg S/ml) determinada através de curva-padrão.

O texto acima faz parte do **capítulo 6 - Metodologia para Análise de Elementos em Material Vegetal** do livro, **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações** / Eurípedes Malavolta, Godofredo Cesar Vitti e Sebastião Alberto de Oliveira. -2.ed., ver. e atual.--Piracicaba : POTAFOS, 1997. **É PROIBIDA POR LEI A REPRODUÇÃO PARCIAL OU TOTAL POR QUAISQUER MEIOS, SEM A DEVIDA AUTORIZAÇÃO POR ESCRITO DOS AUTORES E EDITORA.**