

# VALIDAÇÃO DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DE ÓXIDO DE BORO EM ULEXITAS, COLEMANITAS E BORATOS POR ABSORÇÃO ATÔMICA

Grasiele Porfírio Gambalunga E-mail: grasielepg@gmail.com  
Débora De Pellegrin Campos E-mail: debora.campos@satc.edu.br  
Aline Resmini Melo E-mail: aline.melo@satc.edu.br  
Carolina Resmini Melo Marques E-mail: carolina.melo@satc.edu.br  
Larissa Bento Bortolatto E-mail: larissa.bortolatto@alunosatcedu.onmicrosoft.com

**Resumo:** As matérias-primas utilizadas nas indústrias são recursos de suma importância para a obtenção dos produtos, com isso é indispensável assegurar a qualidade de cada um dos componentes presentes nos mesmos. Frequentemente as composições químicas são determinadas a partir da técnica de Fluorescência de Raios X (FRX), porém quando se deseja quantificar o óxido de boro ( $B_2O_3$ ) é necessário utilizar outro método pois seu baixo peso molecular dificulta sua detecção. Em vista disso para as determinações de óxido de boro em ulexita, colemanita e boratos utiliza-se a análise titrimétrica ou a Espectroscopia de Absorção Atômica de Chama (FAAS). Atualmente o método empregado para essas detecções no laboratório de prestação de serviços é a titulação, contudo trata-se de um método impreciso e suscetível a erros. Assim este estudo visa implementar e validar o método de determinação por FAAS, para isso utilizou-se três matrizes de amostras comerciais como padrão secundário, realizando cinco réplicas de cada uma delas para o ensaio utilizando o FAAS. Os dados obtidos mostram que o procedimento desenvolvido deve ser melhorado a fim de validar com o método já utilizado.

**Palavras-Chave:** Boro. Absorção Atômica. Método de Validação.

## VALIDATION OF THE METHOD OF DETERMINING BORON OXIDE IN ULEXITES, COLEMANITES AND BORATES BY ATOMIC ABSORPTION

**Abstract:** The raw materials used in industries are extremely important resources for obtaining the products, thus it is essential to ensure the quality of each of the components present in them. Chemical compositions are often determined using the X-Ray Fluorescence (FRX) technique, but when you want to quantify boron oxide ( $B_2O_3$ ) it is necessary to use another method because its low molecular weight makes its detection difficult. In view of this, for determinations of boron oxide in ulexite, colemanite and borates, titrimetric analysis or Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) is used. Currently, the method used for these detections in the service provision laboratory is titration, however it is an imprecise and error-prone method. Thus, this study aims to implement and validate the method of determination by FAAS, for this we used three matrices of commercial samples as secondary standard, performing five replicates of each one of them for the assay using FAAS. The data obtained show that the procedure developed must be improved in order to validate it with the method already used.

**Keywords:** Boron. Atomic Absorption. Validation Method.

### 1. Introdução

Nas indústrias utilizam-se diversas matérias-primas que são recursos naturais, materiais ou substâncias para a obtenção do produto.

Com o crescimento do mercado vê-se a necessidade de atender a demanda das análises relacionadas a composição química, entregando os resultados com agilidade e confiabilidade. Normalmente as composições químicas são determinadas a partir do ensaio de Fluorescência de Raios X (FRX), uma análise não destrutiva que pode ser utilizada na detecção de elementos químicos que apresentam número atômico superior a 10. Como o elemento Boro (B) possui número atômico 5, como complemento utiliza-se as determinações por Espectroscopia de

Absorção Atômica de chama (FAAS) ou a análise por titulação.

A determinação de boro em ulexita, colemanita e boratos é realizada a partir da análise titrimétrica, ou seja, pela titulação, onde este método de análise quantitativa é conhecido por sua robustez e é empregado em amostras que contêm grandes quantidades do elemento. Já a análise por FAAS é uma metodologia que utiliza um equipamento sensível na determinação de metais e pequenas quantidades de boro.

Com perspectiva de utilizar a FAAS para determinar grandes quantidades de boro é necessário avaliar e revisar os métodos utilizados até então e a metodologia de abertura das amostras que influenciam na precisão e sensibilidade do equipamento.

Portanto, o objetivo deste estudo é avaliar e comparar as metodologias de análise titrimétrica e Espectroscopia de Absorção Atômica de Chama para a determinação de óxido de boro em ulexita, colemanita e borato, a fim de verificar a eficácia do método quanto a precisão e exatidão.

## 2. Revisão bibliográfica

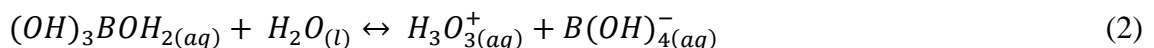
Neste capítulo serão abordados os estudos utilizados para a composição deste artigo. Os conhecimentos sobre os métodos de determinação da composição química, tipos de análise química, fatores que influenciam na escolha do método de determinação, métodos de preparação de amostras por via úmida e a determinação de óxido de boro citando algumas formas utilizadas como a metodologia de espectroscopia de absorção atômica e a titulometria com manitol.

### 2.1. Boro

O boro é um metaloide da família 13 da tabela periódica, não apresentando características de metal, pois forma óxidos ácidos. Pode ser utilizado como fundente na fabricação de fibra de vidro. O ácido bórico ( $H_3BO_3$ ) age como um ácido de Lewis, aceitando um par de elétrons de uma molécula de água formando o ácido monoprótico conhecido popularmente como ácido bórico ( $H_4BO_4$ ), de acordo com a reação apresentada na Equação 1.



O composto formado é o ácido monoprótico chamado de ácido bórico onde o valor da constante de acidez ( $pK_a$ ) é de 9,14, conforme a reação presente na Equação 2 (ATKINS; JONES; LAVERMAN, 2018).



Segundo Peixoto (1996), o elemento boro recebeu esta denominação por um dos seus sais, o bórax, sendo uma das ocorrências mais conhecidas junto com o ácido bórico. As aplicações mais conhecidas dos derivados deste elemento estão relacionadas com o alto poder de fusão, que podem ser utilizados na fabricação de tecidos e madeiras a prova de fogo, vidros especiais como borossilicatos, na indústria cerâmica, produção da camada vítrea das placas cerâmicas e também como antisséptico.

### 2.2. Análise da composição química

De acordo com Silva (2010), a análise química quantitativa define a identidade química de uma amostra a fim de designar as possíveis quantidades relativas aos analitos, às espécies.

Segundo Oliveira et al. (2006), a análise qualitativa antecede a análise quantitativa, pois é necessário determinar qual o analito a ser analisado e se o mesmo está presente na amostra em questão. É importante frisar que, de modo geral, este tipo de análise gira em torno de uma grande quantidade de procedimentos que vão desde os métodos modernos como a utilização de reações químicas simples para a qualificação da espécie estudada.

### **2.3. Amostragem e amostra**

Uma das etapas mais importantes para a identificação e quantificação de um analito é a amostragem do material a ser analisado. É de suma importância que o material coletado represente o local em que a coleta foi realizada, ou o lote (AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS, 2011).

Segundo a ABNT NBR 5426:1985 a amostra equivale a uma ou mais unidades do produto, ou pontos retirados do lote ou material a ser inspecionado de forma aleatória sem levar em consideração a qualidade dele.

### **2.4. Análise química por via úmida e via seca**

A análise química por via seca está ligada a preparação e a forma que a amostra é analisada principalmente pelo fato de não ser necessário dissolver a amostra, como a fusão. Já a análise química por via úmida requer uma série de preparações, como dissolução e digestão (SILVA, 2010).

### **2.5. Métodos de preparação de amostras para análise por via úmida**

Existe uma série de métodos que podem ser utilizados para a preparação por via úmida, um exemplo é a dissolução e fusão da amostra para facilitar a determinação de analitos.

#### **2.5.1. Digestão**

A digestão é o processo de decomposição das amostras onde tornou-se muito popular o uso de micro-ondas. O sistema consiste na utilização de frascos de teflon a altas temperaturas e pressão controlada (SKOOG et al., 2006).

O processo de digestão consiste na decomposição de matéria orgânica e inorgânica. A dissolução de amostras que apresentam sílica é realizada por meio da adição de ácido fluorídrico (HF) e ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>). Esta digestão pode ser realizada tanto em sistema fechado em equipamento como micro-ondas e em sistemas abertos (SOUSA; CAMPOS; ORLANDO, 2015).

#### **2.5.2. Dissolução**

No processo de dissolução de uma amostra muitas vezes é necessário além da moagem e a homogeneização, alguns métodos destrutivos tais como a fusão ou a calcinação da amostra para que seja dissolvida com ácidos fortes (SKOOG et al., 2006).

A dissolução considera-se a transformação de uma amostra sólida em aquosa normalmente com a utilização de um ácido forte, água entre outros reagentes, cuidando para que nenhuma reação secundária elimine o analito que se deseja analisar (SOUSA; CAMPOS; ORLANDO, 2015).

#### **2.5.3. Fusão**

O processo de fusão necessita que a amostra seja pulverizada previamente, a fim de homogeneizar e torná-la um pó fino. A escolha do fundente que deve ser incorporado na amostra para a fusão depende do analito a ser analisado e o mesmo deve ser aplicado em excesso, normalmente na proporção 1:10 (SKOOG et al., 2006).

O fundente utilizado depende do analito a ser analisado. Por exemplo, quando deseja-se determinar boro utiliza-se carbonato de potássio e uma solução de ácido clorídrico para a dissolução (SOUSA; CAMPOS; ORLANDO, 2015).

### **2.6. Métodos de determinação de boro**

Para a determinação de boro é necessário selecionar cuidadosamente o método a ser empregado principalmente em matrizes com pequenas e grandes quantidades do mesmo.

### 2.6.1. Análise titrimétrica por manitol

A metodologia utilizada para determinar boro por titrimetria por manitol em óxido de boro em ulexitas, colemanitas, ácido bórico e boratos é a mesma utilizada para determinar boro em fertilizantes. Consiste em solubilizar a amostra com água deionizada quente em meio ácido utilizando ácido clorídrico, realizando a determinação a partir do complexo formado com solução de hidróxido de sódio padronizado. Este procedimento é indicado para teor de boro de 0,5% para cima (MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUARIA E ABASTECIMENTO, 2014).

Segundo Alcarde; Catani; Souza (1972), é possível, por método potenciométrico, determinar a quantidade de boro presente em uma amostra líquida. O mesmo consiste na titulação de ácido bórico com solução padronizada de hidróxido de sódio na presença de manitol ( $C_6H_{14}O_6$ ). Para amostras solubilizadas em ácido o ponto final da titulação encontra-se no potencial hidrogeniônico (pH) 6,3.

### 2.6.2 Espectrometria de absorção atômica por chama

Este tipo de análise consiste na aspiração da amostra solubilizada, após a atomização do analito (boro) em uma chama de ar, acetileno e óxido nítrico, gerando vapores que contém o metal em seu estado fundamental. Envolvendo a quantificação da energia absorvida a quantidade de luz absorvida é proporcional a quantidade de átomos presentes no estado fundamental (AMORIM et al.; 2008).

De acordo com Hage e Carr (2011), o método de espectrometria de absorção atômica por chama aplica-se em uma alta temperatura transformando os íons e moléculas em átomos para a análise. A partir da absorção de luz gerada pelo processo é possível medir a concentração do analito, ou seja, a absorbância está diretamente ligada a quantidade de analito na amostra.

## 3. Procedimentos experimentais

O procedimento experimental consiste na apresentação dos reagentes, métodos e procedimentos que foram utilizados para o desenvolvimento da validação da determinação de óxido de boro em ulexitas, colemanitas e boratos no equipamento absorção atômica, conforme a Figura 1.

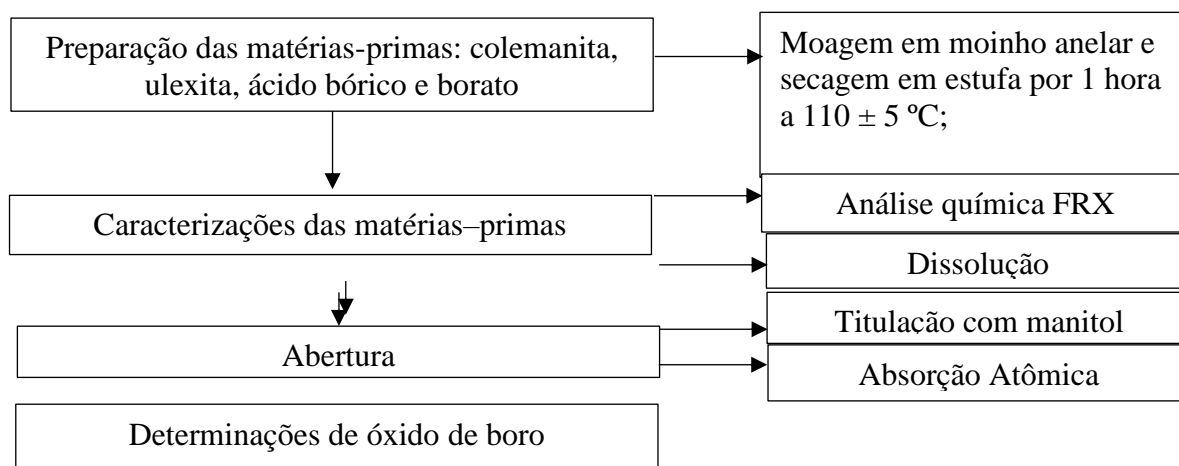


Figura 1 - Fluxograma para a determinação de óxido de boro.

Todos os métodos utilizados nos processos citados na Fig. 4, seguem os procedimentos internos realizados no Instituto SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial) de Tecnologia em Cerâmica (IST) de Criciúma/SC, onde foram realizadas todas as análises.

### 3.1. Seleção das amostras utilizadas para a validação

Para a validação do método de determinação de óxido de boro por absorção atômica, foram selecionadas três amostras sendo que cada uma delas representa uma matriz que contém grandes porcentagens de boro. Para facilitar e identificar cada amostra utilizou-se as seguintes letras: A – Colemanita, B – Ulexita e C – Borato.

### 3.2. Preparações das matérias-primas: colemanita, ulexita, ácido bórico e borato

Colocou-se na estufa da marca De Leo por 1 hora a  $110 \pm 5$  °C cerca de 50 gramas de cada uma das amostras A, B e C. Após retirou-se para o resfriamento até temperatura ambiente. Utilizando o moinho anelar AMEF modelo AMP1-A 2007 o material foi pulverizado a fim de homogeneizar e facilitar a análise.

Em seguida o produto da moagem foi colocado novamente na mesma estufa por 1 hora a  $110 \pm 5$  °C, a fim de assegurar a sua secagem.

### 3.3. Caracterização de matérias-primas - frx

Para auxiliar na análise do óxido de boro executou-se a determinação da composição química por Fluorescência de Raios X em todas as amostras utilizando-se a Máquina de fusão Vulcan para a preparação das pérolas e o Espectrômetro de Raios-X marca Panalytical modelo Axios Max por dispersão de comprimento de onda (WDXRF). Este método é de grande importância no setor industrial, pois tem a capacidade de detectar diferentes elementos simultaneamente.

### 3.4. Abertura: dissolução

Pesou-se em balança analítica Denver Instrument modelo APX-200 com resolução de 0,0001 g, cerca de  $0,1940 \pm 0,0050$  g da amostra em um béquer de 100 ml. Após, diluiu-se a amostra pesada com água deionizada a cerca de (75 a 80 °C) e 1 ml de ácido clorídrico P.A. Em seguida transferiu-se para um balão volumétrico de 100 ml, avolumou-se e homogeneizou-se. Para fins de determinação da incerteza do método foram realizadas 5 réplicas de cada uma das matrizes A, B e C, totalizando 15 aberturas.

### 3.5. Determinações de óxido de boro

Com a solução obtida mediante as aberturas foram realizadas as determinações de óxido de boro.

#### 3.5.1. Determinação de óxido de boro por faas

Com as soluções obtidas foram determinadas as concentrações de óxido de boro, utilizando o equipamento Espectrômetro de Absorção Atômica – ICE 3000 séries. A metodologia utilizada foi a proposta pelo fabricante e utilizou-se padrões produzidos a partir de um padrão primário de 1000ppm, para a construção da curva de determinação quantitativa.

Para a realização do cálculo de Determinação de  $B_2O_3$  presente nas amostras por absorção atômica utilizou-se a Equação 3:

$$B_2O_3 \% = \frac{V_l \times F_d \times V_{\text{diluição}} \times C_e}{M_{\text{pesada}}} \quad (3)$$

Onde:

$V_l$  = Valor de leitura do FAAS (mg/L)

$F_d$  = Fator de diluição;

$C_e$  = Constante de transformação de elemento para óxido;

$V_{\text{diluição}}$  = Volume da diluição da amostra (mL);

$M_{\text{pesada}}$  = Massa de amostra pesada (g).

### 3.5.2. Determinação de óxido de boro por titrimetria com manitol

Para efeito de comparação, as amostras que foram submetidas ao método anterior também foram ensaiadas pelo método de titulação.

Nesta etapa utilizou-se as soluções provenientes das aberturas para a realização das titulações, foi utilizado somente uma réplica de cada matriz pois este método já possui validação.

Pipetou-se 25 ml da solução contendo a amostra para um béquer de 250 ml, adicionando 100 ml de água deionizada com a finalidade de diluir a solução. Após, adicionou-se 6 gotas de vermelho de metila e fez-se a leitura do pH no pHmetro da Micronal modelo B474.

Ajustou-se o pH em  $6,3 \pm 0,02$  com o auxílio de soluções de hidróxido de sódio e ácido clorídrico. Assim que ajustado, adicionou-se 15 g de manitol P.A.

Preencheu-se a bureta com solução de NaOH 0,025 normal (N) e titulou-se até que o pH estabilizasse em  $6,3 \pm 0,02$ . Anotou-se o volume utilizado no consumo de NaOH na titulação.

Para o cálculo da quantidade de óxido de boro ( $B_2O_3\%$ ) presente na amostra, foi utilizada a Equação 4:

$$B_2O_3 \% = \frac{V_c \times F_c \times \frac{V_{\text{diluição}}}{V_{\text{alíquota}}} \times 100}{M_{\text{pesada}}} \quad (4)$$

Onde:

$V_c$  = Volume de NaOH 0,025 N consumido (mL);

$F_c$  = Fator de correção da solução de NaOH 0,025N obtida para o boro (---);

$V_{\text{diluição}}$  = Volume da diluição da amostra (mL);

$V_{\text{alíquota}}$  = Volume da alíquota (mL);

$M_{\text{pesada}}$  = Massa de amostra pesada (g).

## 4. Resultados e discussões

Posteriormente a realização dos ensaios, tornou-se possível analisar criticamente e interpretar os resultados alcançados, que serão apresentados neste capítulo.

### 4.1 Caracterização química – frx

Conforme Tabela 1 seguem os dados obtidos a partir da análise química por FRX realizada com o auxílio do equipamento Espectrômetro de Raios-X marca Panalytical modelo Axios Max por dispersão de comprimento de onda (WDXRF). As colunas identificadas respectivamente por A, B e C, referenciam as matrizes utilizadas no estudo. A segunda coluna identificada com a letra “A” representa a matriz Colemanita, “B” na terceira coluna está associada a matriz Ulexita e “C” na quarta coluna refere-se ao Borato.

Tabela 1 - Análise química por FRX

Óxidos	A – Colemanita	B – Ulexita	C – Borato
$Al_2O_3$	2,42	1,1	<b>0,23</b>
$CaO$	27,52	23,97	<b>22,72</b>
$Fe_2O_3$	0,77	0,26	<b>0,31</b>



<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,75	0,27	<b>0,17</b>
<b>MgO</b>	1	0,26	<b>0,08</b>
<b>MnO</b>	<0,05	<0,05	<b>&lt;0,05</b>
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	4,76	10,89	<b>7,99</b>
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<0,05	<0,05	<b>&lt;0,05</b>
<b>SiO<sub>2</sub></b>	9,81	4,4	<b>2,20</b>
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,08	<0,05	<b>&lt;0,05</b>
<b>BaO</b>	<0,1	<0,1	<b>&lt;0,1</b>
<b>Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<0,1	<0,1	<b>&lt;0,1</b>
<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<0,1	<0,1	<b>&lt;0,1</b>
<b>PbO</b>	0,14	0,11	<b>&lt;0,1</b>
<b>SrO</b>	0,3	0,58	<b>0,48</b>
<b>ZnO</b>	<0,1	<0,1	<b>&lt;0,1</b>
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	<0,1	<0,1	<b>&lt;0,1</b>
<b>Perda ao fogo</b>	7,28	3,47	<b>4,18</b>
<b>Somatório dos Óxidos</b>	54,83	45,31	<b>38,36</b>

Fonte : Do autor (2020)

#### 4.2. Determinação de boro por titrimetria de manitol

As determinações do teor de óxido de boro por titulação foram realizadas em duplicata, originando os dados presentes na Tabela 2.

Tabela 2 - Dados titulação

Amostra	V. de NaOH consumido 1(ml)	V. de NaOH consumido 2(ml)	Massa 1(g)	Massa 2(g)
<b>A</b>	24,1	24,1	0,4996	<b>0,4995</b>
<b>B</b>	29,1	29,3	0,4992	<b>0,4998</b>
<b>C</b>	33,6	33,4	0,4999	<b>0,4997</b>

Fonte : Do autor (2020)

Utilizando os dados obtidos foi possível calcular o teor de Óxido de boro presente nas matrizes analisadas. Os dados da Tabela 2 foram calculados utilizando a Equação 1 e as determinações geraram a Tabela 3. Onde o teor de óxido de boro é dado pelo produto do volume consumido da solução de NaOH 0,025 N na titulação, o fator de correção do titulante, o cociente do volume de diluição pelo volume da alíquota, e o fator de conversão para porcentagem (100), dividido pela massa obtida na pesagem da amostra.

Tabela 3 - Cálculo do teor de Óxido de Boro

Amostra	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -1(%)	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -2(%)	Média (%)
<b>A</b>	45,04	45,04	<b>5,04</b>
<b>B</b>	54,43	54,73	<b>54,58</b>
<b>C</b>	62,75	62,41	<b>62,58</b>

Fonte : Do autor (2020)

Os teores de óxido de boro obtidos pelo método clássico de titulação por manitol refletem um procedimento que foi validado pelo laboratório gerando confiabilidade, porém por ser detectado o ponto final de viragem a partir da utilização de um pHmetro e da leitura na bureta, utilizando o método padrão de leitura, é possível admitir erros.

Levando em consideração a análise química por FRX, presente na Tabela 1, conseguiu-se determinar que o valor está próximo ao real, conforme a Tabela 4, que demonstra a comparação do somatório dos óxidos presentes em cada uma das amostras com os valores obtidos na determinação de óxido de boro por titulação.

Quando o somatório dos óxidos presentes em uma amostra se aproxima do total de 100% é possível assegurar que a análise está completa. Esta afirmação pode ser observada em amostras que se conhece o histórico e a origem da mesma.

Tabela 4 - Comparação do somatório dos óxidos

Amostra	Somatório dos óxidos (FRX) %	Média B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Somatório total
A	54,83	45,04	<b>99,87</b>
B	45,31	54,58	<b>99,89</b>
C	38,36	62,58	<b>100,94</b>

Fonte : Do autor (2020)

### 4.3. Determinação de boro por faas

Para as determinações do teor de óxido de boro por FAAS foram realizadas a partir da leitura de cinco réplicas por matriz originando os dados presentes na Tabela 5 para a matriz de Colemanita, Tabela 6 para a matriz de Ulexita e Tabela 7 para os resultados de borato.

Tabela 5 - Determinação de Colemanita por FAAS.

Colemanita - A			
Replica	Massa	mg . L <sup>-1</sup>	%B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	0,1942	14,396	<b>47,7396</b>
2	0,1946	14,2674	<b>47,2159</b>
3	0,1946	13,9099	<b>46,0328</b>
4	0,1936	14,2274	<b>47,3267</b>
5	0,1947	14,2371	<b>47,0914</b>
<b>Desvio padrão</b>			<b>0,634659</b>

Fonte : Do autor (2020)

Ao analisar os dados presentes na quarta coluna da Tabela 5 é possível observar que para a matriz A os valores tem um desvio menor entre as réplicas, porém apresenta uma dispensação quando comparado com o valor conhecido pela titulação. Os dados obtidos refletem que o método pode ser utilizado na determinação do teor de boro nessa matriz porém é necessário analisar criticamente alguns pontos afim de diminuir o desvio entre as réplicas como também entre a amostra analisada por titulação e a amostra analisada por FAAS.

Para a análise dessa matriz foi necessário diluir cada uma das réplicas aumentando assim a chance de erros, admitindo que os valores obtidos podem ser melhorados.



Tabela 6 - Determinação de Ulexita por FAAS

<b>Ulexita - B</b>			
<b>Replica</b>	<b>Massa</b>	<b>mg . L<sup>-1</sup></b>	<b>%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
1	0,1941	13,6479	<b>56,60257</b>
2	0,1941	14,3520	<b>59,52272</b>
3	0,1930	15,0483	<b>62,76623</b>
4	0,1944	13,2017	<b>54,66753</b>
5	0,1946	13,8837	<b>57,43257</b>
<b>Desvio padrão</b>			<b>3,091077</b>

Fonte: Do autor (2020)

Tabela 7 - Determinação de Borato por FAAS

<b>Borato - C</b>			
<b>Replica</b>	<b>Massa</b>	<b>mg . L<sup>-1</sup></b>	<b>%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
1	0,1952	10,7593	<b>47,92078</b>
2	0,1934	10,8721	<b>48,87386</b>
3	0,1940	7,7588	<b>34,77062</b>
4	0,1923	7,1059	<b>32,12621</b>
5	0,1920	8,8944	<b>40,27496</b>
<b>Desvio padrão</b>			<b>7,545796</b>

Fonte: Do autor (2020)

Já os valores alcançados em relação as matrizes B e C apresentam um desvio padrão elevado entre as réplicas e divergem dos valores encontrados na titulação.

Durante a leitura das réplicas de cada matriz observou-se o entupimento da fenda do queimador devido a formação de carvão durante a queima do analito. O processo de limpeza para conseguir realizar as determinações dificulta a estabilidade, sendo um dos motivos pelo qual o método não é adequado. Também houve a interferência na qualidade da análise pois a lâmpada de cátodo oco utilizada apresentou alguns problemas de conexão, desqualificando os resultados obtidos.

Outro parâmetro a ser levado em consideração é a preparação das amostras como também a diluição das mesmas e dos padrões utilizados na criação da curva de leitura. O erro mínimo pode ser notado quando se realiza a leitura e comparação com amostras já analisadas.

## 5. Conclusões

Baseado no cotidiano da indústria é de fundamental importância que os resultados de análises laboratoriais obedeçam uma série de parâmetros técnicos de qualidade fazendo com que o produto final alcance expectativas. Para isso é necessário analisar e validar métodos que possam agregar agilidade ao processo de análise. Um dos processos que mais são procurados pelas empresas é a determinação da composição química com a determinação conjunta de boro, além dos elementos normalmente analisados.

Atualmente utiliza-se a titulação como método para determinação do teor de óxido de boro presente em matrizes como boratos, ulexitas e colemanitas. E sugeriu-se a substituição pelo método de determinação por Absorção atômica de Chama.

A partir das três matrizes já mencionadas realizou-se os testes e foi possível determinar que o

método precisa de melhorias a fim de aproximar o valor encontrado por titulação com o valor encontrado por FAAS. Dentre as melhorias que podem ser realizadas está a compra de uma nova lâmpada de cátodo oco, como também reanalisar a proporção de abertura afim de não necessitar a diluição das amostras diminuindo a chance de erros nas análises.

### Referências

**ALCARDE, JOSE CARLOS; CATANI, RENATO ALMILCARE; SOUZA, O. S.** *Determinação Volumétrica Do Boro em Fertilizantes Estudos Sobre A Quantidade De Manitol*, Departamento de Química, Universidade de São Paulo. São Paulo. v. 29. p. 273-285. 1972. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0071-12761972000100020&script=sci\\_abstract&tlng=pt](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0071-12761972000100020&script=sci_abstract&tlng=pt)>. Acesso em: 15 abr. 2020.

**ABNT. NBR 5426:** *Planos de amostragem e procedimentos na inspeção por atributos*. Rio de Janeiro. 1985.

**BRANDÃO, CARLOS JESUS...[ET AL.].** *Guia Nacional De Coleta e Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos*, Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. São Paulo: CETESB; Brasília: ANA, 2011.

**AMORIM, FÁBIO ALAN CARQUEIJA; LOBO, IVON PINHEIRO; SANTOS, VERA LUCIA C. S.; FERREIRA, SÉRGIO LUIS COSTA.** *Espectrometria De Absorção Atômica: O Caminho Para Determinações Multielementares*, *Química Nova*, Salvador, v. 31, n.7, p. 1784-1790, 2008. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422008000700033&script=sci\\_abstract&tlng=pt](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422008000700033&script=sci_abstract&tlng=pt)>. Acesso em: 15 abr. 2020.

**ATKINS, PETER; JONES, LORETTA; LAVERMAN, LEROY.** *Princípios da Química*. 5ª ed. São Paulo: Editora Bookman, 2016.

**CHAVES, FERNANDA SANTIAGO; NOGUEIRA, ANA RITA DE ARAÚJO; SOUZA, GILBERTO BATISTA DE; PRIMAVERSI, ANA CÂNDIDA.** *Avaliação de procedimento de extração e determinação de boro em amostras de solo*, *Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento – Embrapa*, São Paulo, v. 5. 2006. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/48355/4/Boletim05.pdf>>. Acesso em: 15 abr. 2020.

**HAGE, DAVID S.; CARR, JAMES D.** *Química Analítica e Análise Quantitativa*. 1ª ed. Nebraska: Editora Always Learning, 2011.

**OLIVEIRA, IONE MARIA FERREIRA DE; NASCENTE, CLÉSIA CRISTINA; FORTES, ISABEL CRISTINA PEREIRA; SILVA, MARIA JOSÉ DE SOUZA; TÓFANI, Simone de Fátima Barbosa.** *Análise Qualitativa*. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2006. Disponível em: <<http://www.ufjf.br/quimicaead/files/2013/05/APOSTILA-AN%C3%81LISE-QUALITATIVA-EADQUI040-parte-01.pdf>> Acesso em: 18 abr. 2020.

**PEIXOTO, EDUARDO MOTTA ALVES.** *Elemento Químico*. *Química Nova Na Escola*, São Paulo, n. 4, seção Elemento Químico, nov. 1996. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc04/elemento.pdf>>. Acesso em: 15 abr. 2020.

**SILVA, SUZANA APARECIDA DA.** *Guia de Estudo Química Analítica Qualitativa*, Licenciatura de Química, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia. Mato Grosso. 2014.

**SKOOG, DOUGLAS A.; WEST, DONALD M.; HOLLER, F. JAMES; CROUCH, STANLEY R.** *Fundamentos de Química Analítica*, Tradução da 8ª Edição norte-americana, São Paulo: Editora Thomson, 2006.

**SOUSA, RAFAEL ARROMBA; CAMPOS, NÁIRA DA SILVA; ORLANDO, RICARDO.** *Preparação De Amostras Para Análise Elementar*. Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora. Jun 2015. Disponível em: <<http://www.ufjf.br/baccan/files/2011/07/Apostila-PREPARO-DE-AMOSTRAS-Anal%C3%ADtica-Avan%C3%A7ada.pdf>>. Acesso em: 18 abr. 2020.

**TEIXEIRA, LUIZ SÁVIO MEDEIROS.** *Manual De Métodos Analíticos Oficiais Para Fertilizantes E Corretivos*, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Secretaria de Defesa Agropecuária. Brasília. 2014. Disponível em: <[https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/insumos-agropecuarios/insumos-agricolas/fertilizantes/legislacao/manual-\\_in-3\\_-analiticos-oficiais-para-fertilizantes-e-corretivos\\_com\\_capa\\_final-1.pdf/view](https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/insumos-agropecuarios/insumos-agricolas/fertilizantes/legislacao/manual-_in-3_-analiticos-oficiais-para-fertilizantes-e-corretivos_com_capa_final-1.pdf/view)>. Acesso em :15 abr. 2020.

**VECHIA, JACQUELINE DALLA.** *Comparação Metodológica para Determinação Empírica de Enxofre em Fertilizantes Minerai*s, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2012. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/55886>>. Acesso em :15 abr. 2020.