

OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE FOSFATO EM SOLOS FÉRTEIS E INFÉRTEIS POR METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

Davison Gabriel Conceição dos Santos¹, Laura da Silva Rocha¹, Pedro Henrique Ferreira Mendes², Douglas Gonçalves da Silva³, Anaildes Lago de Carvalho³

RESUMO

A análise química do solo é fundamental para determinar os teores de nutrientes e avaliar a disponibilidade desses elementos para o desenvolvimento das plantas. Este estudo teve como objetivo otimizar a extração de fosfato em solos férteis e inférteis da região de Vitória da Conquista – BA, utilizando ultrassom como técnica auxiliar e aplicando planejamentos de experimentos, como o planejamento fatorial completo (PFC), planejamento fatorial fracionário (PFF) e matriz de Doehlert (MD). As amostras foram coletadas em duas áreas com diferentes tipos de uso do solo e analisadas em laboratório. As variáveis mais significativas foram identificadas por meio do PFC, destacando-se o tempo de repouso, tempo no ultrassom e tempo na centrífuga. O PFF permitiu avaliar variáveis como tipo e concentração do solvente, volume utilizado e temperatura do banho-maria. A matriz de Doehlert foi aplicada para refinar a otimização, levando à definição das melhores condições operacionais para maximizar a eficiência da extração de fosfato. Os resultados indicaram que o NaOH foi o solvente mais eficiente, e que os parâmetros operacionais otimizados variam entre 2,8 g de amostra, 0,3 mol/L de solvente, 14 mL de volume e 43°C no banho-maria.

PALAVRAS-CHAVE: Espectrofotometria, Matriz de Doehlert, Fosfato.

OPTIMIZATION OF PHOSPHATE EXTRACTION IN FERTILE AND INFERTILE SOILS USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

ABSTRACT

Soil chemical analysis is essential for determining nutrient levels and assessing their availability for plant development. This study aimed to optimize phosphate extraction from fertile and infertile soils in the region of Vitória da Conquista – BA, using ultrasound-assisted techniques and experimental design methodologies, including full factorial design (FFD), fractional factorial design (FrFD), and Doehlert matrix (DM). Soil samples were collected from two areas with different land uses and analyzed in the laboratory. Significant variables were identified using FFD, with resting time, ultrasound time, and centrifugation time standing out. FrFD was applied to evaluate variables such as solvent type and concentration, solvent volume, and water bath temperature. The Doehlert matrix was then used to refine the optimization and determine the ideal operational conditions to maximize phosphate extraction. The results showed that sodium hydroxide was the most effective solvent, and the optimal parameters included a 2.8 g sample mass, 0.3 mol/L solvent concentration, 14 mL solvent volume, and a water bath temperature of 43°C.

KEYWORDS: Spectrophotometry, Doehlert matrix, Phosphate

¹ Graduando (a) em Engenharia Florestal - florestal.davison@gmail.com; lauraengflorestal@gmail.com

² Graduando em Agronomia - peufmendes@gmail.com

³ Professor (a) departamento de ciências naturais – DCN UESB - douglas.goncalves@uesb.edu.br; alcarvalho22@gmail.com

INTRODUÇÃO

A análise química do solo é essencial para determinar os teores de nutrientes e as características que afetam sua disponibilidade para as plantas (Prezotti; Guarçoni, 2013). Essa análise envolve duas etapas: extração e quantificação. A extração utiliza soluções químicas chamadas extratores, que simulam a absorção de nutrientes pelas plantas ao promover a transferência dos nutrientes da fase sólida para a líquida. A eficiência desse processo depende tanto da amostragem correta quanto da escolha do extrator, uma vez que nenhum extrator reproduz fielmente o comportamento das raízes, exigindo o uso de curvas de calibração para interpretação dos resultados (Freire et al., 2013).

O fósforo (na forma de fosfato) é amplamente utilizado em fertilizantes, detergentes, alimentos e processos industriais, o que destaca a importância de métodos sensíveis para sua quantificação no solo. Entre as técnicas disponíveis como cromatografia, colorimetria e a espectrofotometria, essa última, baseada na reação do fosfato com molibdato de amônio em meio ácido se destaca por sua simplicidade, sensibilidade e aplicabilidade em análises de rotina (Ganesh, 2012; Colzani, 2017).

O método utilizado para essa otimização envolveu a reação descrita anteriormente, seguida da extração de fosfato em amostras de solo. Para a extração de fosfato, é essencial aplicar técnicas estatísticas e matemáticas que proporcionem resultados rápidos e precisos (Ji, 2020). A metodologia de superfície de resposta (MSR) é amplamente aplicada nesse contexto por permitir a análise simultânea de múltiplos fatores e suas interações (Bezerra, 2019). Assim, este trabalho tem como objetivo otimizar a extração de fosfato em solos férteis e inférteis de Vitória da Conquista – BA, utilizando ultrassom associado à MSR.

MATERIAIS E MÉTODOS

Local e Coleta das Amostras

As amostras de solo foram coletadas no campus da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), em Vitória da Conquista – BA, região do Planalto da Conquista (14°51' S, 40°50' O). A coleta foi realizada em duas glebas homogêneas de aproximadamente 2.000 m²: uma sob cultivo de bananeiras (*Musa ssp.*) e outra em pastagem degradada. Foram obtidas amostras compostas em duas profundidades (0-20 cm e 20-40 cm), posteriormente enviadas ao laboratório de Química Analítica da UESB para análise.

Otimização da extração do fosfato

As amostras de solo foram peneiradas, secas a 160 °C por 2 horas, maceradas e pesadas (2,8 g) em tubos Falcon. Em seguida, foi adicionado hidróxido de sódio (NaOH 0,3 mol L⁻¹) e as amostras foram submetidas a ultrassom, filtração a vácuo e tratamento com o complexo fosfomolibdato de amônio. Após repouso, aquecimento em banho-maria e centrifugação, o sobrenadante foi coletado para análise espectrofotométrica a 300 nm.

As variáveis estudadas foram otimizadas por meio de um planejamento fatorial completo (PFC) 2⁴ e o planejamento fatorial fracionário (PFF) 2⁵⁻¹. O PFC avaliou os tempos de ultrassom, centrifugação, banho-maria e repouso, enquanto o PFF as variáveis estudadas foram: massa da amostra, concentração do solvente extrator, tipo de solvente extrator, volume do solvente extrator e temperatura do banho-maria. Em seguida, aplicou-se a matriz de Doehlert como metodologia de superfície de resposta para identificar as condições ótimas de extração. Foram testados diferentes níveis para cada variável, totalizando 23 experimentos conduzidos de forma aleatória, incluindo três repetições no ponto central.

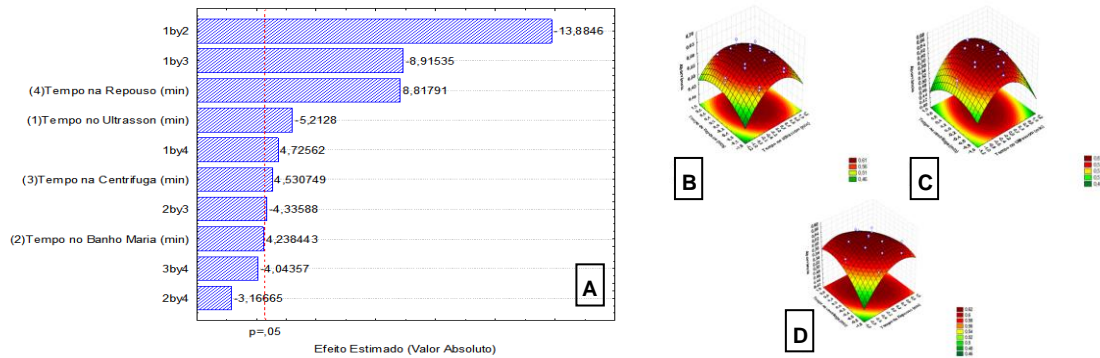
RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos foram processados utilizando o software STATISTICA 7.0. Na Figura 1A, é apresentado o gráfico de Pareto, no qual são destacadas as variáveis com efeitos significativos sobre o sistema, para o nível de confiança de 95%. Com no Pareto, observou-se que as variáveis tempos de repouso, ultrassom e de centrifugação influenciaram significativamente o desempenho do processo de extração. Embora o tempo no banho-maria não tenha apresentado efeito significativo de forma isolada, sua interação com outras variáveis foi significativo. Por esse motivo, essa variável foi mantida nas etapas seguintes de otimização.

Com base nos resultados do planejamento fatorial completo (PFC), optou-se pela utilização da matriz de Doehlert, uma vez que o PFC gera equações de primeira ordem, o que limita a identificação de condições ótimas para as variáveis estudadas. Assim, na Figura 1B, 1C e 1D apresenta as superfícies de resposta, e os valores ótimos foram caracterizados como pontos de máximo para tempo de repouso, tempo no banho-maria, tempo na centrífuga e tempo no ultrassom, sendo 24,0; 9,0; 17,0 e 8 minutos, respectivamente.

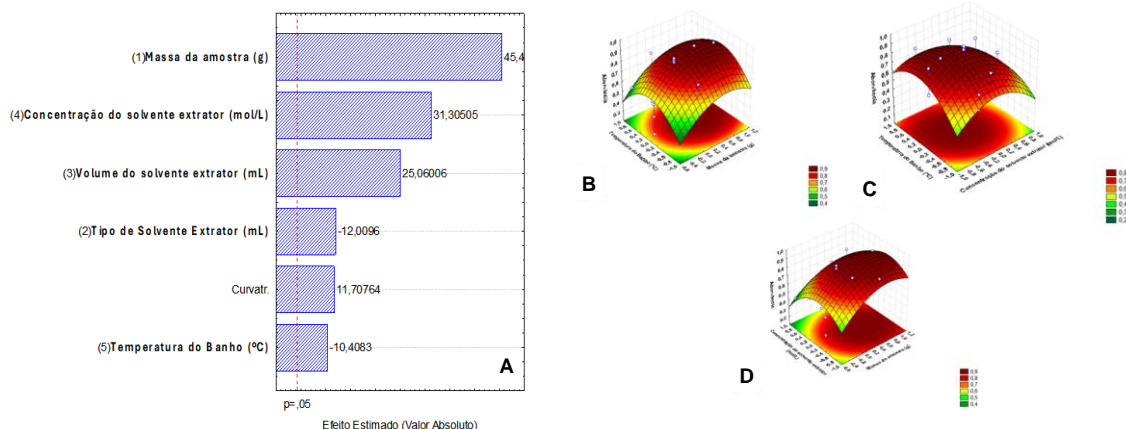
FIGURA 1A: Gráfico de Pareto para avaliação das variáveis significativas, utilizando absorvância como variável dependente. Figura 1B. O efeito da variável tempo de

repouso e tempo no banho maria. Figura 1C. O efeito da variável tempo na centrífuga e tempo no ultrassom. Figura 1D. O efeito da variável tempo na centrífuga e tempo de repouso.



Para a investigação de outras variáveis, foi aplicado um planejamento fatorial fracionário (2^{5-1}). O gráfico de Pareto resultante, apresentado na Figura 2A, revelou que todas as variáveis analisadas tiveram efeito significativo sobre o sistema de extração de fosfato. Entre elas, o tipo de solvente extrator destacou-se, sendo o hidróxido de sódio (NaOH) o mais eficiente na extração de fosfato. A Figura 2B, 2C e 2D apresenta as superfícies de resposta, e os valores ótimos foram caracterizados como pontos de máximo para a massa da amostra, concentração do solvente extrator, volume do solvente extrator e temperatura do banho-maria, sendo 2,8 g; 0,3 mol/L; 14 mL e 43°C, respectivamente.

FIGURA 2: Gráfico de Pareto gerado na segunda etapa dos resultados do PFC juntamente dos gráficos de superfície respostas na otimização de fosfato. Figura 2B. O efeito da variável temperatura do banho maria e massa da amostra. Figura 2C. O efeito da variável temperatura do banho maria e concentração do solvente extrator. Figura 2D. O efeito da variável concentração do solvente extrator e massa da amostra.



CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES

A otimização da extração de fosfato em solos foi alcançada através de um planejamento fatorial completo e planejamento fatorial fracionário, seguido por uma matriz de Doehlert. Os planejamentos fatoriais identificaram as variáveis significativas como tempo de repouso, tempo no ultrassom e tempo na centrífuga, enquanto o tempo no banho-maria, apesar de não significativo isoladamente, foi significativo entre interação com outras variáveis. A Matriz de Doehlert determinou as condições ótimas para a extração de fosfato como 2,8 g para a massa da amostra, 0,3 mol/L para a concentração do solvente extrator, 14 mL para o volume do solvente extrator e 43°C para a temperatura do banho-maria, 24 minutos para tempo de repouso, 9 minutos para para tempo no banho-maria, 17 minutos para tempo na centrífuga e 8 minutos para tempo no ultrassom. O hidróxido de sódio (NaOH) foi o solvente extrator mais eficiente. A integração dessas abordagens experimentais permitiu encontrar as condições ótimas, garantindo uma extração mais eficiente e oferecendo uma base sólida para futuras aplicações em solos agrícolas e ambientais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BEZERRA, M. A.; FERREIRA, S.L.C.; NOVAES, C. G.; SANTOS, A. M. P.; VALASQUES, G.S.; MATA CERQUEIRA, U.M.F.; ALVES, J. P. dos S. Simultaneous optimization of multiple responses and its application in Analytical Chemistry – A review. *Talanta*. v. 194, p. 941-959, 2019.
2. COLZANI, H. RODRIGUES, Q. E. A. G.; FOGAÇA, C. GELINSKI, J. M. L. N.; FILHO, E. R. P. e BORGES, E. M. Determinação de fosfato em refrigerantes utilizando um scanner de mesa e análise automatizada de dados: um exemplo didático para ensino de química. *Química Nova*, v. 40, n. 7, p. 833-839, 2017.
3. FREIRE, L. R. et al. *Análise química de amostras de terra*. 2013.
4. GANESH, S.; KHAN, F.; AHMED, M. K.; VELAVENDAN, P.; PANDEY, N. K.; MUDALI, U. K. Spectrophotometric determination of trace amounts of phosphate in water and soil. *Water Science & Technology*. v. 66, n.12. p.2653-2658, 2012.
5. JI, Y.; LI, X.; WANG, Z., XIAO, W.; HE, Z.; XIONG, Z., ZHAO, L. Extraction optimization of accelerated solvent extraction for eight active compounds from

- Yaobitong capsule using response surface methodology: Comparison with ultrasonic and reflux extraction. *Journal Chromatography*, 2020.
6. PREZOTTI, L. C.; GUARÇONI, A. M. Guia de interpretações de análise de solo e foliar. 2013.