

Resultados preliminares de la implementación de una metodología para determinar Ti en suelo mediante espectrofotometría uv-vis

Ripoll, Gerardo¹., Pizarro-Aránquiz, Nicolás¹., Carvajal, Andrés¹., Moscoso, Cristian¹, Calvache, Iván¹., Saldaña, Paulina²., Cornejo, Javiera²., Esposito, Mauro³.

¹Instituto de Investigaciones Agropecuarias INIA Remehue. Ruta 5 Km 8, Osorno, Chile

² departamento de Medicina, Preventiva Animal, Facultad de Ciencias Veterinarias Y Pecuarias Universidad de Chile. Av. Santa Rosa 11735, La Pintana, Santiago

³ Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Mezzogiorno, Via Salute, 2 - 80055 Portici, Napoli.

Autor de correspondencia: nicolas.pizarro@inia.cl.

En los sistemas de producción animal basados en la pradera, hay diversos factores que pueden incidir en la inocuidad final del producto. Uno de ellos es el rol del suelo como medio de exposición a contaminantes ambientales, lo que ha sido ampliamente estudiado. Los ovinos son una especie de interés ya que, por su conducta de pastoreo y anatomía bucal, tienen una ingesta de suelo mayor a otros rumiantes lo que los deja más expuestos a acumular contaminantes presentes en el suelo. Por esta razón es necesario desarrollar metodologías que permitan estimar el consumo de suelo. Existen diversos métodos basados en el Ti como marcador, ya que está presente en el suelo y pasa sin ser digerido en el rumen a las fecas. Para realizar esta evaluación es necesario conocer el valor de Ti en suelo y fecas, además de tener la digestibilidad del forraje. En el contexto de un proyecto Fondecyt de iniciación (11201280) y bajo el enfoque de “Una Salud” se diseñó un ensayo en terreno para evaluar la ingesta de suelo en corderos criados en el sur de Chile. No obstante, para conocer el consumo de suelo en los animales, se debe conocer el nivel de Ti en suelo como primer paso. Por lo tanto, el siguiente trabajo describe la metodología desarrollada por primera vez en nuestro país para determinar el Ti en matriz suelo.

Para este motivo se utilizaron muestras de suelo provenientes de un ensayo con corderos, en el cual un área de 2 ha se dividió en 4 potreros. Con la ayuda de un barreno se tomaron muestras a 5 cm de la superficie, recolectadas a lo largo de 7 meses, 2 veces al mes (muestra compuesta). Se adaptó a las condiciones del laboratorio de INIA Remehue, una metodología de digestión basada en los trabajos de Mondal y Tarafder (2004) y Short et. al. (1996). Una vez limpiadas de impurezas, se pesaron 0.25 g de suelo y se adicionaron 5 mL de HF 48%, 3 mL HNO₃ 65% y 3 mL H₂SO₄ 98%. Posteriormente se realizó una etapa de calentamiento y una etapa de evaporación. Este proceso se hizo un total de dos veces. Finalizada la segunda evaporación se le añadió 20 mL H₂SO₄ 39.2% y se calentó hasta la total disolución del residuo, una vez fría se llevó a un matraz aforado de 50 mL, completando el volumen con agua destilada y se filtró. A partir de esta solución final se prepararon dos nuevas soluciones en matraces de 10 mL. La solución A se preparó con 2 mL de muestra, 2 mL de H₂O₂ 30%, 1.2 mL de H₂SO₄ 39.2% y 4.8 mL de agua destilada. La solución B se realizó de la misma forma excepto por el reemplazo del H₂O₂ por H₂O. Ambas soluciones se midieron en un espectrofotómetro a 410 nm (Perkin-Elmer, Lambda 3B). Finalmente, la absorbancia de la solución A se le restó la de la solución B y el valor resultante se interpoló en la curva de calibración de TiO₂ en solución acuosa (Jeffery y Hutchison, 1981). Para evaluar la precisión del método se analizaron muestras en triplicado para calcular el CV promedio y para evaluar la recuperación se utilizaron muestras fortificadas con 5 mL de solución stock TiO₂ 500 ppm.

La linealidad de la curva de calibración puede observarse en el gráfico 1, la cual fue preparada con estándares por dilución directa de la solución stock de TiO₂ P-25 en H₂SO₄ 39.2%, obteniendo un R² de 0,999, lo cual resulta en un muy buen ajuste para ese rango de concentraciones. Un punto positivo de este método es que a pesar de la complejidad de la muestra es posible emplear una curva de

calibración en solución acuosa. Por otra parte, se obtuvo una buena precisión, con un CV promedio de 1.65%, y un rango entre 0.19% y 4.28%. Cabe la pena resaltar que el método presenta un porcentaje de recuperación de aproximadamente el 98%, es decir, que no hay una pérdida importante del analito durante el procesamiento de las muestras. En la figura 1 se observa la concentración de TiO_2 en suelo (Potreros; 1, 2, 3 y 4) la cual permaneció constante durante el período de ensayo (primavera 2021 y verano 2022), lo cual era el resultado esperado para la evaluación de la matriz suelo en la superficie muestreada. El titanio es constituyente del suelo y en una zona geográfica específica, no debería existir una variabilidad temporal, por lo tanto, el resultado obtenido, valida la técnica para ser empleada en la determinación de consumo de suelo en animales.

Finalmente, esta metodología resulta ventajosa frente a otras aproximaciones para determinar TiO_2 , como por ejemplo absorción atómica y fluorescencia de rayos x, pues estos requieren de equipos mucho más costoso y en el caso de absorción atómica producto de la sensibilidad de esta técnica se requiere el uso de insumos de mayor pureza y por ende de mayor costo, haciendo la aproximación elegida la más accesible de las tres mencionadas.

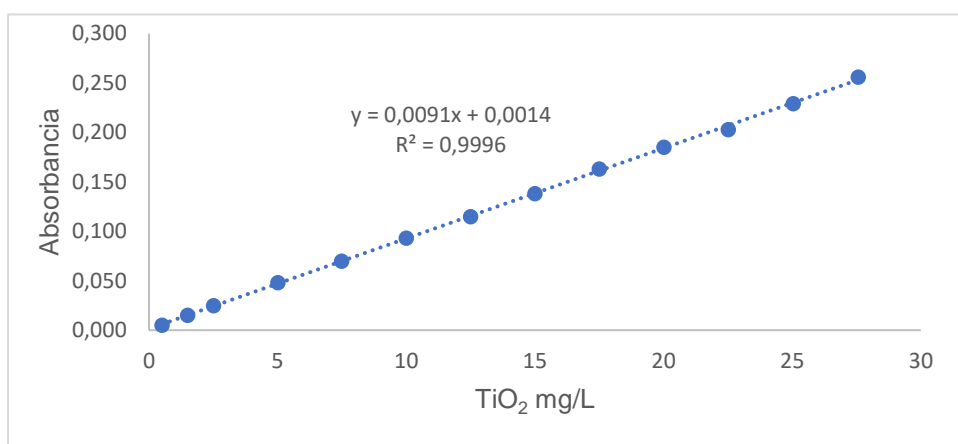


Gráfico 1: Curva de calibración de TiO_2 en el rango de 0.5 a 27.5 mg/L, medido a 410 nm.

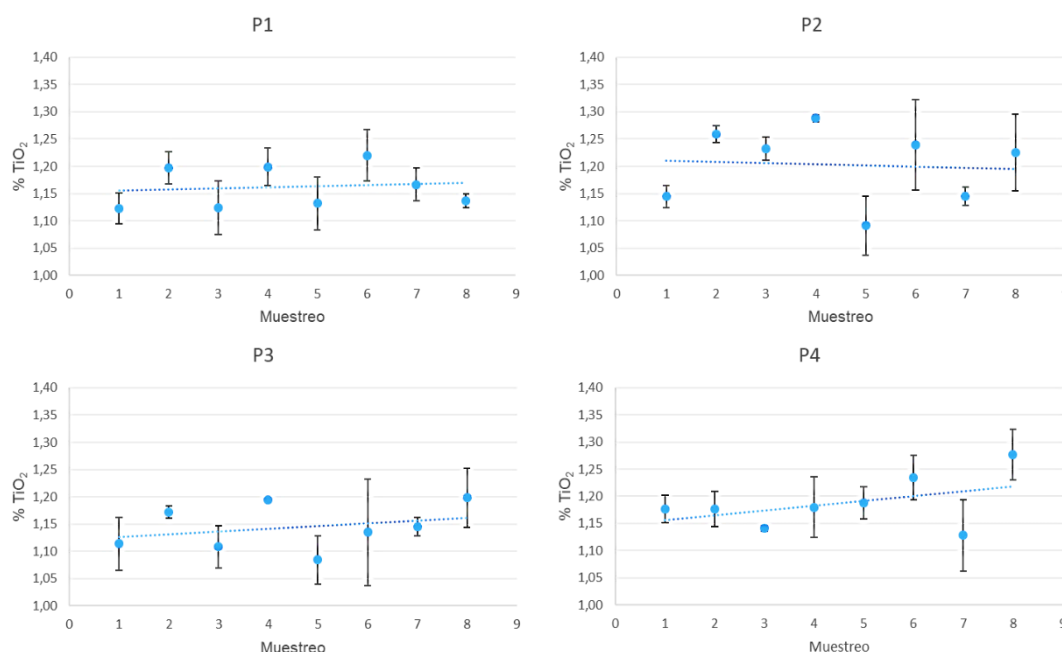


Figura 1: Concentración % TiO_2 en franjas estudiadas a través del tiempo. Muestras quincenales, entre el período octubre 2021 y marzo 2022. Barras de error expresadas como 2σ .

Mondal, R. K., y Tarafder, P. K. (2004) Extractive spectrophotometric determination of titanium in silicate rocks, soils and columbite-tantalite minerals. *Microchimica Acta*, (148): 327-333.

Short, F. J., Gorton, P., Wiseman, J., y Boorman, K. N. (1996) Determination of titanium dioxide added as an inert marker in chicken digestibility studies. *Animal feed science and technology*, (59): 215-221.

Jeffery, P. G., y Hutchison, D. (1981) *Chemical methods of rock analysis*. Oxford: Pergamon press. 346 p.