

Sistema de análises em fluxo com multicomutação para estudos cinéticos de fertilizantes de liberação controlada.

Diogo L. Rocha¹ (PQ)*, Marcos Y. Kamogawa² (PQ), Boaventura F. Reis¹ (PQ)

1) Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Av. Centenário, 303, Piracicaba, SP.

2) Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Av. Pádua Dias, 11, Piracicaba, SP

Palavras Chave: Nitrogênio, fertilizantes de liberação controlada, perfis de dissolução, microbombas solenoide

Introdução

O teor dos nutrientes no solo pode ser mais bem administrado com fertilizantes de liberação controlada (FLC)¹. O controle de qualidade sobre os perfis de liberação de espécies desses produtos não é rigoroso devido à escassez de procedimentos analíticos. Sistemas de análises em fluxo apresentam mínimo consumo de amostra e altas frequências de amostragem², que são importantes para alguns estudos cinéticos. O objetivo deste trabalho é desenvolver um procedimento analítico em fluxo para a determinação de espécies de nitrogênio em FLC para se obter perfis de liberação.

Resultados e Discussão

O sistema de FIA com microbombas solenoide está representado na Figura 1. A determinação de amônio foi baseada na formação de cloraminas e inibição da quimiluminescência originada pela oxidação do luminol.

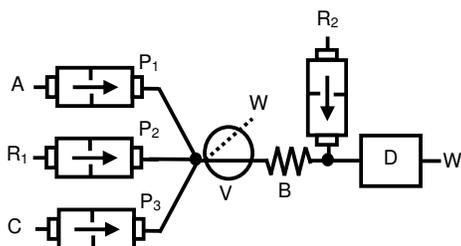


Figura 1. Diagrama do sistema empregado para determinação de amônio. A: amostra; R₁: NaClO 0,23 mmol L⁻¹; R₂: luminol 4,5 mmol L⁻¹ em tampão CO₃²⁻/HCO₃⁻ 0,2 mol L⁻¹ (pH = 10); C: H₂O; P₁-P₄: microbombas solenoide; V: válvula solenoide; D: cela de fluxo; W: recipientes de descarte.

Para otimização do procedimento, foi empregado o planejamento fatorial 3³. Os parâmetros iniciais foram similares aos obtidos anteriormente³. As concentrações dos reagentes foram fixadas e as frações volumétricas variadas amostra e NaClO foram inseridas simultaneamente, seguidas da adição concomitante das cloraminas formadas e do luminol. Uma alíquota adicional de cloraminas foi inserida em seguida, sendo que este fator não apresentou efeito significativo sobre os sinais do analito e do branco. Resposta linear foi observada

37^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

entre 50 e 550 µg L⁻¹ NH₄⁺, com limite de detecção (99,7% de confiança) e coeficiente de variação (n = 20) estimados em 20 µg L⁻¹ e 2,4 %, respectivamente. A frequência de amostragem foi estimada em 110 determinações por hora. O consumo de luminol e de hipoclorito, por determinação, foram estimados em 110 e 1,6 µg, respectivamente, gerando 2,5 mL de efluentes. Soluções contendo ureia e íons nitrato foram tratadas com urease (pH 6) e com zinco metálico cobreado (pH>12), respectivamente, para conversão a amônia. Os sobrenadantes foram submetidos à determinação de amônio (Tabela 1).

Tabela 1. Sinais analíticos obtidos para amônio e espécies de nitrogênio convertidas.

Espécie (230 µg L ⁻¹ N)	Sinal analítico (cm)
Íons amônio	(7,2 ± 0,03)
Íons nitrato	(4,6 ± 0,05)
Ureia	(6,9 ± 0,03)

A conversão de NO₃⁻ e ureia a NH₄⁺ demonstrou a viabilidade para as determinações dessas espécies. As conversões avaliadas serão adaptadas em linha para a obtenção de curvas de liberação de FLC. Inicialmente, o FLC será inserido em um recipiente contendo o meio e temperatura mais apropriados para a dissolução, do qual periodicamente serão retiradas alíquotas para as determinações analíticas.

Conclusões

O sistema de análises em fluxo apresentou características favoráveis para a determinação de nitrogênio em FLC. A sensibilidade e o mínimo consumo de amostra (140 µL) viabilizam a obtenção de curvas de liberação. Estudos preliminares indicaram que ureia e íons nitrato são convertidos a amônia, ampliando a aplicação do procedimento.

Agradecimentos

FAPESP (Proc. 2013/16870-4), CAPES e CNPq.

¹ Trenkel, M.E.; Slow- and Controlled-release and Stabilized Fertilizers. 2 ed., Paris: International Fertilizer Industry, 2010. 160p.

² Fortes, P.R. et al. *Talanta*, 2009, 79, 978.

³ Rocha, F.R.P et al. *Talanta*, 2005, 67, 673.