

Estratégias para preparo de amostras de fertilizantes para determinação de espécies metálicas por FAAS

Ângela M^a F. de Oliveira^{1,2} (IC), *Alessandra B. R. de Azevedo¹ (IC), , Aparecida M^a S. Mimura^{1,2} (PG), Carla A. T. Batista¹(PG), Paola R. C. Reis^{1,2} (PG), Denise Lowinsohn¹ (PQ), Júlio C. J. da Silva^{1,2} (PQ)
*alecaazevedo@ig.com.br

¹Núcleo de Pesquisa em Instrumentação e Separações Analíticas, DQ, UFJF, CEP:36036-900 Juiz de Fora, MG, Brasil.

²Grupo Baccan de Química Analítica, DQ, UFJF, CEP: 36036-900, Juiz de Fora, MG, Brasil

Palavras Chave: Fertilizantes, Absorção Atômica, Redissolução Anódica, Extração.

Introdução

Fertilizantes são compostos químicos aplicados na agricultura com o objetivo de suprir deficiências nutricionais nos vegetais e aumentar a produção^{1,2}. Metais pesados são elementos químicos metálicos com densidade atômica maior do que 6 kg dm⁻³ e que possuem número atômico maior que vinte³. Devido aos danos que esses elementos podem provocar ao ser humano e ao meio ambiente, o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) regulamenta a presença destas espécies em fertilizantes. Os métodos convencionais de solubilização de fertilizantes normalmente envolvem a digestão ácida total da amostra cujo tempo gasto e quantidade de reagentes envolvidos são importantes². O objetivo desse trabalho foi investigar métodos alternativos de preparo de amostra para quantificação de Cr, Cu, Pb e Zn por FAAS.

Resultados e Discussão

As amostras de fertilizantes estudadas são do tipo simples (a base de P₂O₅, P₂O₆, Ca e S). Foram testados os seguintes métodos de preparo de amostra: extração com adição de água régia diluída, extração com uma adição prévia de HF e água régia diluída e o método da indicado pela ANDA (HCl+HNO₃ concentrados e posterior adição de HCl 1:5 (v/v))². A extração foi feita em banho de ultrassom, modelo Cleaner-UNIQUE. Ela foi realizada em 6 etapas de 20 minutos. Nos intervalos as soluções foram agitadas (1 min) em agitador vortex. As soluções obtidas foram analisadas por FAAS (modelo Thermo Scientific SOLAAR M5) e por voltametria de redissolução anódica realizada em um potenciostato modelo AUTOLAB PGSTAT 101.

Na Tabela 1 são apresentados os resultados usando diferentes estratégias de calibração. De acordo com os dados apresentados, não foram observados efeitos de matriz com a calibração externa (meio ácido). Os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) para Cu, Zn, Cr e Pb foram 1,2; 0,98; 0,064; 2,0 mg Kg⁻¹ e 4,2; 3,3; 0,22; 6,6 mg Kg⁻¹, respectivamente. Todos os valores determinados ficaram abaixo dos valores da legislação demonstrando a aplicabilidade do método.

Na Tabela 2, são apresentados os resultados para as extrações ácidas. Pode ser observado que as recuperações foram satisfatórias para a maioria dos analitos investigados usando-se água régia diluída.

Tabela 1. Estudo dos efeitos de matriz.

	CEX	R%	SMA	R%	ELE	R%
Cu	21±5	101	16±0,3	78	20±19	96
Zn	146±57	81	94±14	52	-	-
Cr	22±3	104	20±1,2	92	-	-
Pb	26±8	92	18±6	62	22±20	75

Legenda: CEX=curva externa; R: recuperação; SMA=simulação de matriz; ELE=voltametria de redissolução anódica. Valores obtidos pelo método de referência, usando adição de padrão: Cu=21±6; Zn=180±35; Cr=21±4; Pb=28±2 mg Kg⁻¹.

Tabela 2. Dados dos métodos de extração ácida

	EXT	R%	EX-HF	R%	VMP
Cu	13±6	63	30±4	145	-
Zn	140±15	78	397±52	221	-
Cr	16±2	75	22±0,8	103	200
Pb	24±14	82	13±11	47	100

Legenda: EXT: extração; R: recuperação; EXT-HF: extração com HF; VMP.= valores máximos permitidos (MAPA)⁴.

Conclusões

Todas as amostras analisadas foram concordantes com a legislação. Porém, não há valores limites para os cátions, Zn e Cu, apesar de serem tóxicos em altas concentrações. O método de extração com água régia, foi eficiente para a maioria dos metais, enquanto o método de extração com HF, foi eficiente para o Cr. Esse resultado pode estar ligado à eficiência de extração do método em relação aos demais.

Agradecimentos

UFJF, CNPq, Fapemig, [Adubos Marisa Fertilizantes](#) e ao Engenheiro Agrônomo Andre Ribeiro Teixeira.

¹<http://www.portalsaofrancisco.com.br/alfa/fertilizantes/fertilizantes>

²Os adubos e a eficiência das adubações (ANDA-Associação Nacional para Difusão de Adubos);

³McBRIDE, M.B. Environmental chemistry of soils. New York, Oxford University Press, 1994. 406p;

⁴Instrução Normativa SDA/MAPA 27/2006 - (D.O.U. 09/06/2006);