



## Desenvolvimento de método para digestão de fertilizantes de matrizes distintas em uma única rodada<sup>(1)</sup>.

Flávia Vosgrau De Negri Tozzi <sup>(2)</sup>; Bruno Menezes Siqueira <sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup> Trabalho executado com recursos do Instituto Brasileiro de Análises - IBRA

<sup>(2)</sup> Gerente de Laboratório; Instituto Brasileiro de Análises – IBRA

<sup>(3)</sup> Químico de Aplicação; Nova Analítica Importação e Exportação

**RESUMO:** Um método de análise de Cd, Ni e Pb foi avaliado, desde o preparo da amostra por digestão com radiação micro-ondas, até quantificação desses metais por Espectroscopia de Absorção Atômica. Foi analisado a eficiência de digestão de diferentes fertilizantes (orgânico, mineral e organomineral) numa mesma rodada. O método se mostrou com exatidão adequada de acordo com a análise dos materiais de referência SEM 695, e SRM 2782. A digestão de diferentes fertilizantes em uma mesma rodada se mostrou eficiente.

**Termos de indexação:** metais pesados, digestão, fertilizantes.

### INTRODUÇÃO

Os fertilizantes desempenham um papel importante na sustentação dos campos de colheita, suprindo os solos com nutrientes essenciais para as plantas como os macronutrientes nitrogênio (N), fósforo (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) e potássio (K<sub>2</sub>O).

Muitos desses fertilizantes são fabricados com matérias-primas como fosfatos de rocha, lodo de esgoto. É conhecido que essas matérias-primas costumam ter, naturalmente, teores altos de metais pesados em sua composição. Sendo assim, o fertilizante pode se tornar uma fonte de contaminação de metais pesados no solo, comprometendo a sustentabilidade agrícola e ambiental, e colocando em risco a saúde humana por conta da absorção vegetal de metais pesados.

Estudos mostram que a maior fonte de contaminação de metais pesados em solos são por fertilizantes fosfatados, aplicação de lodo, e resíduos industriais (McLaughlin & Singh, 1999).

O ministério da agricultura impõe, para os fertilizantes, limites de concentração de Arsênio (As), Cádmiio (Cd), Chumbo (Pb), Cromo (Cr), e Mercúrio (Hg). Por isso cada vez mais se faz necessário o desenvolvimento de metodologias de análises desses tipos de amostras. Como há inúmeras classes de fertilizantes, é importante que se consiga executar o preparo de amostras de diferentes classes usando um mesmo método e em uma mesma rodada de digestão por micro-ondas.

### MATERIAL E MÉTODOS

Utilizou-se 3 amostras de fertilizantes obtidas de clientes do IBRA. As amostras foram identificadas como: 64338/2015 (fertilizante mineral); 65177/2015 (fertilizante organomineral); 44769/2015 (fertilizante orgânico). Além disso, para avaliação da exatidão do método, foi feito digestão e análise de dois materiais de referência: NIST SRM 695 (*Trace Elements in Multi-Nutrient Fertilizer*); e NIST SRM 2782 (*Industrial Sludge*).

As amostras foram digeridas em um sistema de digestão por micro-ondas, SpeedWave 2, marca Berghof. Para isso foi pesado aproximadamente 0,500 gramas de amostra, a qual foi colocada dentro de um frasco do sistema de micro-ondas. Foi adicionada à amostra 10 mL de HNO<sub>3</sub>. Os frasco com amostras e ácidos foram levados ao micro-ondas, onde a amostra foi submetida a radiação micro-ondas durante 5 minutos até atingir 175 °C, e essa temperatura foi mantida durante 5 min.

Para avaliação da capacidade de digerir amostras de matrizes diferente na mesma rodada, as digestões dos fertilizantes orgânico, organomineral, e mineral foram feitas juntas (numa mesma rodada) e separadas. Após a análise, foi feita uma comparação entre as duas maneiras de digestão.

Após as digestões, as quantificações de Cd, Ni e Pb foram executadas em um Espectrofotômetro de Absorção Atômica (Atomização por chama), modelo iCE 3300, Thermo Scientific.

O preparo de amostras e análises foram executados em duplicata.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises das amostras digeridas estão na tabela contida na figura 1. Pode-se observar que não houve diferenças de concentração significativa entre amostras digeridas juntas e separadas, estando as diferenças todas dentro da faixa de erro entre as amostras. Esse fato indica que amostras de fertilizantes de diferentes matrizes podem ser digeridas numa única rodada.

A tabela 1 indica os valores de concentração dos materiais de referência para os elementos Cd, Ni e Pb:



**Tabela 1 – Concentração de Cd, Pb e Ni para os materiais de referência**

NIST 695	NIST 2782
Cd = 12,4- 23,2	Cd = sem ref.
Pb = 231 - 281	Pb = 554 ± 36
Ni = 85 - 131	Ni = 95,9 ± 4,7

Os valores de concentração de Cd, Pb e Ni encontrados depois das análises estão condizentes com os valores referenciados pelo NIST. Esse fato é um indicativo de que o método, desde o preparo de amostras até a análise em si possui boa exatidão.

Os valores de Limite de Quantificação (LQ) encontrados para cada elementos foram os seguinte: Cd = 2,21 mg/Kg; Ni = 6,37 mg/Kg; Pb = 4,4 mg/Kg.

### CONCLUSÕES

O método mostrou boa exatidão, quando feita avaliação com material de referência.

Não houve significativa diferença de concentrações de Cd, Ni e Pb em diferentes fertilizantes quando digeridas juntos ou separadamente.

### AGRADECIMENTOS

Agradecimento ao IBRA pelo recurso disponibilizado para execução do trabalho.

Agradecimento à Nova Analítica pelo apoio para envio e apresentação desse trabalho.

### REFERÊNCIAS

#### a. Periódicos:

MCLAUGHLIN MJ, SINGH BR. Cadmium in soil and plants: a global perspective. In: McLaughlin MJ, Singh BR, editors. Cadmium in soils and plants. Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic Publishing; 1999. p. 13 – 21.

<b>Níquel (Ni)</b>					
	Mineral	Orgânico	Organomineral	NIST 695	NIST 2782
Digestão Junto	3514,5 ± 3,5	30,6 ± 7,7	< LQ	86,4 ± 1,0	110,5 ± 1,6
Digestão Separado	3695,6 ± 196,3	20,0 ± 1,6	< LD	84,8 ± 1,2	105,7 ± 0,5

  

<b>Cádmio (Cd)</b>					
	Mineral	Orgânico	Organomineral	NIST 695	NIST 2782
Digestão Junto	6,3 ± 0,3	5,8 ± 0,0	< LQ	14,9 ± 0,2	< LQ
Digestão Separado	6,1 ± 0,2	6,4 ± 1,9	< LQ	15,3 ± 0,3	< LQ

  

<b>Chumbo (Pb)</b>					
	Mineral	Orgânico	Organomineral	NIST 695	NIST 2782
Digestão Junto	144,5 ± 4,6	102,1 ± 10,7	7,4 ± 3,0	272,2 ± 3,4	509,0 ± 2,4
Digestão Separado	158,8 ± 10,6	97,5 ± 5,5	4,4 ± 0,8	266,8 ± 3,0	515,8 ± 0,2

**Figura 1** – Tabela com concentrações de Ni, Cd, e Pb em diferentes fertilizantes (mineral, orgânico e organomineral) e em diferentes materiais de referência (NIST 695 e NIST 2782). Todas as concentrações estão expressas em mg/Kg.