



Desenvolvimento de método para digestão de fertilizantes de matrizes distintas em uma única rodada⁽¹⁾.

Flávia Vosgrau De Negri Tozzi ⁽²⁾; Bruno Menezes Siqueira ⁽³⁾

⁽¹⁾ Trabalho executado com recursos do Instituto Brasileiro de Análises - IBRA

⁽²⁾ Gerente de Laboratório; Instituto Brasileiro de Análises – IBRA

⁽³⁾ 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 (P₂O₅) e potássio (K₂O).

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 HNO₃. 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.

Níquel (Ni)					
	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

Cádmio (Cd)					
	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

Chumbo (Pb)					
	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.