

Nº 1, agosto 1997, p.1-10

AVALIAÇÃO DE CINCO TIPOS DE ABERTURA PARA DETERMINAÇÃO DOS TEORES DE FERRO, MANGANÊS E ZINCO EM ALGUNS SOLOS BRASILEIROS ¹

Marcelo Francisco Costa Saldanha ²

Daniel Vidal Pérez ³

Neli do Amaral Meneguelli ³

Josino da Costa Moreira ⁴

Delmo Santiago Vaitsman ⁵

A seleção da maneira correta de se decompor a amostra de solo é fator determinante para o sucesso da análise e o grande número de métodos existentes aumenta sobremaneira a importância das considerações envolvidas na escolha (Johnson & Maxwell, 1989).

Não existe unanimidade em relação ao tipo de abertura ou lixiviação que seria a mais adequada do ponto de vista da extração dos metais da sílica, que é, em última análise, a base do solo. Cinco ácidos minerais (fluorídrico, perclórico, sulfúrico, nítrico e clorídrico) têm sido largamente utilizados para a extração simultânea de um grande número de metais em solos (Bock, 1979).

A análise elementar de solos pode ser realizada de várias maneiras, sendo algumas delas bem perigosas, como é o caso do ataque triácido (HF-HNO₃-HClO₄). Contudo, a eficiência de cada método varia muito com o tipo de elemento que se pretende determinar e com a composição do solo.

É sabido que a maioria dos métodos de digestão não dissolve o conteúdo total dos metais nos solos e que as aberturas envolvendo HF são mais efetivas na dissolução de silicatos, liberando para a solução os metais ligados ao retículo cristalino. Porém, os perigos decorrentes da manipulação de HF levam muitos analistas envolvidos em análises de rotina a testar outras técnicas que, apesar de menos efetivas, são mais fáceis e menos perigosas quando se está trabalhando com um grande número de amostras. Em relação a isso, assume-se que as frações não dissolvidas são irrelevantes em termos de biodisponibilidade (Díaz-Barrientos et al., 1991).

Apesar de a água-régia não ser considerada como fornecedora dos teores totais de metais pesados, admite-se que ela forneça uma estimativa razoável do máximo que pode passar para a fase disponível para a planta ou ser lixiviado para as águas subterrâneas (Díaz-Barrientos et al., 1991). Berrow & Stein (1983) afirmam que o refluxo utilizando água-régia extraiu 70% do níquel, 80% do chumbo e 90% do cromo, do cobre e do manganês de solos do Canadá.

¹ Trabalho apresentado no 13º Congresso Latino-Americano de Ciência do Solo.

² Químico, M.Sc., Embrapa-Centro Nacional de Pesquisa de Solos (CNPS), Rua Jardim Botânico, 1.024, CEP 22460-000, Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ. E-mail: marcelo@cnps.embrapa.br.

³ Eng. Agrôn., M.Sc., Embrapa-CNPS.

⁴ Químico, Ph.D., FIOCRUZ-CESTEH.

⁵ Químico, Ph.D., UFRJ-CT-IQ-DQA.

Os métodos que utilizam HClO_4 , por sua vez, são criticados (apesar de serem considerados eficientes) por consumirem horas, às vezes dias, de tratamento, por envolver a adição repetitiva de ácidos fortes nos frascos de reação. Além disso, pela natureza explosiva do HClO_4 anidro, é necessário o uso de capelas especiais e manuseio muito cuidadoso (Krishnamurti, 1994).

O ácido sulfúrico diluído não tem praticamente poder oxidante, a não ser o proveniente dos íons hidrogênio, que podem ser reduzidos a hidrogênio gasoso pela ação dos metais em solução. O ácido concentrado, por outro lado, quando aquecido, oxida muitos elementos, sendo ele próprio reduzido a SO_3 , enxofre elementar ou H_2S . Quase todos os compostos orgânicos são parcialmente oxidados ou completamente destruídos pelo ácido concentrado a quente (Bock, 1979).

O ácido fluorídrico é o mais eficiente entre os ácidos inorgânicos na abertura de silicatos. Apesar de alguns autores utilizarem-no isoladamente na decomposição de amostras (Langmyhr & Paus, 1968), um dos métodos mais conhecidos e eficientes de abertura utiliza uma mistura de ácidos para dissolver amostras de solo, rochas ou lama de rejeito, que consiste na adição dos ácidos nítrico, fluorídrico e perclórico (Lechler et al., 1980; Lim & Jackson, 1982). Matrizes muito resistentes, como alguns minerais, podem ser dissolvidas em recipientes fechados de platina ou Teflon, que podem ser aquecidos a 550° ou 230°C , respectivamente (Bernas, 1968). Nas soluções onde não se eliminam subsequentemente os íons fluoreto, pela adição, por exemplo, de ácido bórico, H_3BO_3 (Bernas, 1968), pode-se, ocasionalmente, encontrar resíduos de fluoretos de magnésio, cálcio, estrôncio, bário e urânio (VI), além das terras raras, pois formam fluoretos muito pouco solúveis.

Um recente desenvolvimento em termos de digestão por via úmida a elevadas pressões (e consequentemente a elevadas temperaturas) se baseia na decomposição de amostras por microondas, utilizando ácido nítrico e outros ácidos minerais em recipientes de Teflon selados. O equipamento utilizado é um forno de microondas, especialmente projetado para uso em laboratório, com paredes revestidas de material anticorrosivo, sensores de temperatura e pressão nos recipientes.

A eficiência da decomposição é citada na literatura como sendo dramaticamente maior com o uso deste tipo de equipamento em relação aos métodos tradicionais de abertura de amostras. Por exemplo, aberturas que levam várias horas em condições atmosféricas são completadas em poucos minutos pela técnica de microondas. Uma outra vantagem é que a quantidade de reagente necessária para a digestão é muito menor, diminuindo os níveis do branco significativamente (Kingston & Jassie, 1986).

É objetivo, portanto, do presente estudo avaliar cinco tipos diferentes de digestão em solos com relação à capacidade de extração dos elementos ferro (Fe), manganês (Mn) e zinco (Zn).

Os métodos escolhidos foram selecionados dentre os mais utilizados para análise de solos que são a digestão com água-régia e o ataque triácido (HF , HNO_3 , HClO_4), além da digestão sulfúrica, a digestão nitroperclórica (HNO_3 , HClO_4) e a digestão por microondas utilizando mistura triácida (HF , HNO_3 , HCl).

A digestão com água-régia foi realizada da seguinte forma: pesou-se cerca de 1,0000g de TFSE (terra fina seca em estufa) em balão de fundo chato de 125ml de capacidade e adicionaram-se 3ml de água, a fim de formar uma pasta (Berrow & Stein, 1983). Adicionaram-se, em seguida, 9ml de ácido clorídrico concentrado e 3ml de ácido nítrico concentrado. Após conectar o balão a um condensador de refluxo, deixou-se a mistura em ebulição branda por duas horas, em chapa de aquecimento termostatizada. Após resfriamento, lavou-se o condensador de refluxo com não mais que 30ml de água. Filtrou-se a solução para balão volumétrico de 25ml e lavou-se o papel de filtro e o resíduo com alguns mililitros de ácido nítrico 2 M preaquecido (em torno de 50°C). Deixou-se esfriar e diluiu-se até a marca (menisco) do balão com ácido nítrico 2 M.

Conforme Embrapa (1979), a digestão com ácido sulfúrico procedeu-se da seguinte maneira: pesou-se cerca de 1,0000g de TFSE em balão de fundo chato de 125ml de capacidade. Adicionaram-se, em seguida, 12ml de solução de H_2SO_4 9 M e, após conectar-se o condensador de refluxo, levou-se a mistura à ebulição em placa de aquecimento por duas horas. Após resfriamento, filtrou-se a solução para

balão volumétrico de 25ml e lavou-se o papel de filtro e o resíduo com alguns mililitros de ácido sulfúrico 10% (v/v), que é usado também para se completar o volume até a marca do balão.

A digestão por ataque triácido foi realizada da seguinte maneira (Bernas, 1968; Alloway, 1990): as amostras foram pesadas em cadinhos de platina pré-tratados com HNO₃ à ebulição. Às massas pesadas, cerca de 1,0000g, adicionaram-se alguns mililitros de água, até que se obteve consistência pastosa para, em seguida, acrescentarem-se 10ml de ácido nítrico concentrado. Na placa de aquecimento, deixou-se a mistura evaporar até pequeno volume. Adicionaram-se, neste ponto, 5ml de ácido nítrico concentrado, 5ml de ácido perclórico 70% e 10ml de ácido fluorídrico concentrado e aqueceu-se a mistura até evolução de fumos de perclorato. Após cerca de 30 minutos de evolução dos fumos, acrescentaram-se 10ml de HCl (1:1), deixando a mistura em ebulição por dez minutos. Filtrou-se a solução resfriada para balão volumétrico de 25ml, tomando-se o cuidado de lavar o papel de filtro e o resíduo com HCl 1:1. Completou-se o volume até a marca do balão com água destilada/deionizada ou superior.

Segundo Scott (1978), procedeu-se o ataque nitroperclórico da seguinte maneira: pesou-se cerca de 1,0000g de TFSE em balão de fundo chato de 125ml de capacidade. Adicionaram-se, em seguida, 8ml de ácido nítrico concentrado e, após conectar o balão a um condensador de refluxo, deixou-se a mistura em ebulição branda, até que não se observou evolução de NO₂ (assegura-se, desta forma, que toda a matéria orgânica foi eliminada). Neste ponto, juntaram-se à solução 4ml de ácido perclórico concentrado. A mistura foi levada à ebulição em chapa de aquecimento, até se observar a evolução de fumos característicos de perclorato. Após resfriamento, filtrou-se a solução (com papel de filtro pré-lavado com ácido nítrico) para balão volumétrico de 25ml e lavou-se o papel de filtro e o resíduo com alguns mililitros de ácido nítrico 10% v/v, que foi usado também para se completar o volume até a marca do balão.

Na abertura triácida, modificada para o forno de microondas, foram utilizados béqueres de 50ml para a pesagem das amostras de solo, devido ao grande tamanho dos recipientes de Teflon. Pesou-se cerca de 0,5000g de TFSE e transferiu-se para o recipiente de Teflon, tomando-se o cuidado de lavar o béquer com um pouco de água pelo menos três vezes, a fim de assegurar transferência quantitativa. Adicionaram-se, em seguida, 3ml de ácido nítrico concentrado, 3ml de ácido clorídrico concentrado e 5ml de ácido fluorídrico concentrado. Após fechar convenientemente o frasco, submeteu-se o mesmo à digestão por microondas, utilizando a programação que consta na Tabela 1. O equipamento utilizado foi um forno de microondas para laboratório MDS 11, da O-I Analytical.

TABELA 1. Programação utilizada na digestão triácida por microondas.

Estágio	Potência (W)	Pressão (psi)	Tempo (s)
1	40	20	2
2	40	40	5
3	40	60	2
4	40	80	2
5	50	100	15

Foram selecionados os horizontes diagnósticos superficiais (A) e subsuperficiais (B) de nove perfis de solo da soloteca da Embrapa-CNPS, cuja classificação, localização e principais características físicas e químicas encontram-se na Tabela 2.

TABELA 2. Classificação, localização e algumas características pedológicas das 30 amostras de solos selecionadas.

Classe	Classificação	Localização (Município, Estado)	Profundidade cm	Argila	C.Org.
				g/kg	
Perfil 1	Podzólico Vermelho-Amarelo	Tibagi (PR)	0-16	110	6,6
			330-390	120	0,5
Perfil 2	Podzólico Vermelho-Amarelo	Carmópolis (SE)	0-20	130	12,2
			150-160	380	1,7
Perfil 3	Podzólico Vermelho-Amarelo	Campo Alegre (AL)	0-45	100	6,3
			145-200	530	2,3
Perfil 6	Latossolo variação Una	São Gotardo (MG)	0-10	820	28,8
			239-280	900	3,4
Perfil 7	Latossolo Vermelho-Escuro	Goianópolis (GO)	0-23	480	23,1
			95-130	550	4
Perfil 8	Gley Húmico	Planaltina (DF)	0-18	540	16,5
			70-110	610	3
Perfil 9	Latossolo Bruno/ Latossolo Roxo	Xanxerê (SC)	0-20	770	18,4
			20-47	810	17,3
Perfil 12	Latossolo Bruno	São Francisco de Paula (RS)	0-9/12	690	46,3
			> 160	360	1,8
Perfil 13	Podzólico Vermelho-Escuro	Rio Branco (AC)	0-10	190	13,7
			143-220	500	2

A determinação dos elementos foi realizada em um equipamento ICP-AES Perkin-Elmer modelo 1000, cujas condições de operação foram as seguintes: a) comprimentos de onda (em nm) selecionados para Zn, Mn e Fe foram 213 e 856, 257 e 610, 238 e 204, respectivamente; b) potência de 1.200 W; c) potência refletida menor que 5 W; d) fluxo de gás refrigerante de 10,5 l/min; e) fluxo de plasma de 1,5 l/min; f) taxa de aspiração de amostra de 2,4ml/min; g) altura de observação de 15 mm; h) tempo de integração de 20 s.

A água utilizada nas análises foi obtida de um purificador NANOpure, tendo resistividade em torno de 18 MΩ/cm², sendo purificada imediatamente antes do seu uso e estocada em recipiente de polietileno transparente (Zief & Mitchell, 1976).

Toda a vidraria utilizada (béqueres, balões volumétricos, balões de fundo chato, balões volumétricos de polimetilpentano e béqueres de polietileno) foi previamente descontaminada utilizando imersão em HCl 1:1 seguida do mesmo procedimento com HNO₃ 1:1 e água ultrapura recém preparada em abundância, conforme Moody & Beary (1982).

Foram empregados dois métodos estatísticos, com base no programa SPSS, para comparar as metodologias estudadas: o teste "t" de médias pareadas e a regressão linear. O primeiro é muito utilizado em comparações de metodologias, principalmente quando a faixa de variação das concentrações dos elementos analisados é pequena (Miller & Miller, 1994). A regressão linear também pode ser usada nesses casos, tendo como hipótese testada o fato do coeficiente angular diferir estatisticamente de 1 e o coeficiente linear diferir estatisticamente de 0, o que é obtido mediante um intervalo de confiança calculado com base no desvio padrão dos coeficientes anteriormente citados (Miller & Miller, 1994). Em todos os casos, a regressão foi testada contra a digestão triácida.

Os resultados obtidos para os elementos Zn, Mn e Fe, pelos 5 métodos de digestão empregados, encontram-se nas Tabelas 3, 4 e 5, respectivamente.

TABELA 3. Valores obtidos para zinco pelos cinco métodos de abertura testados.

Amostra	Zn AR	Zn NP	Zn TRI	Zn MW	Zn SULF
	mg/kg de TFSE				
P1 A	7,75	13,03	8,56	11,43	12,01
P1 B	9,49	9,97	7,46	12,00	35,80
P2 A	6,02	6,25	8,64	8,31	8,99
P2 B	13,74	13,01	16,31	25,18	19,90
P3 A	6,23	4,23	4,24	12,70	7,97
P3 B	21,02	12,31	31,29	26,34	29,76
P6 A	0,00	2,75	12,36	50,93	7,96
P6 B	3,24	0,00	53,82	29,93	10,95
P7 A	14,76	6,26	32,57	46,11	32,04
P7 B	7,01	2,00	30,11	46,49	22,93
P8 A	12,45	13,41	12,13	15,43	20,94
P8 B	20,91	24,44	20,01	18,82	27,05
P9 A	44,79	57,20	85,03	99,80	98,20
P9 B	47,65	39,41	105,24	102,25	98,04
P12 A	47,40	58,79	122,10	114,14	107,86
P12 B	46,82	50,99	77,76	95,61	90,28
P13 A	21,10	18,98	23,84	25,77	32,86
P13 B	23,53	22,76	63,96	40,17	39,95

AR = água-régia; NP = nitroperclórica; TRI = triácido; MW = microondas; SULF = sulfúrico.

TABELA 4. Valores obtidos para manganês pelos cinco métodos de abertura testados.

Amostra	Mn AR	Mn NP	Mn TRI	Mn MW	Mn SULF
	mg/kg de TFSE				
P1 A	45,52	23,80	53,32	22,46	26,01
P1 B	30,45	26,91	31,09	25,98	41,77
P2 A	78,71	75,69	92,68	79,31	9,99
P2 B	41,47	28,77	47,67	42,34	44,78
P3 A	22,17	6,22	37,39	26,10	27,47
P3 B	32,79	9,29	55,07	36,60	49,59
P6 A	88,25	60,50	102,62	75,95	111,51
P6 B	86,84	53,07	100,13	77,91	118,46
P7 A	244,17	142,21	385,89	337,11	327,39
P7 B	162,23	66,30	288,51	259,44	180,42
P8 A	16,68	15,39	21,83	20,94	19,94
P8 B	10,70	7,31	16,26	10,69	13,03
P9 A	503,00	456,11	782,81	709,80	945,69
P9 B	489,02	227,00	695,35	583,32	740,30
P12 A	587,54	587,91	692,71	1215,95	737,81
P12 B	578,31	499,95	525,82	482,19	749,75
P13 A	1628,28	1448,84	1381,64	1013,48	2529,12
P13 B	390,47	402,66	396,31	324,67	431,48

AR = água-régia

NP = nitroperclórica

TRI = triácido

MW = microondas

SULF = sulfúrico

TABELA 5. Valores obtidos para ferro pelos cinco métodos de abertura testados.

Amostra	Fe AR	Fe NP	Fe TRI	Fe MW	Fe SULF
	g/kg de TFSE				
P1 A	5,9	5,2	5,1	5,6	5,2
P1 B	14,5	9,2	9,8	11,1	10,7
P2 A	8,9	5,6	6,3	7,2	7,1
P2 B	31,8	25,3	28,6	31,8	29,1
P3 A	1,9	1,2	2,2	2,0	1,8
P3 B	10,6	7,1	12,1	10,9	11,6
P6 A	131,0	99,5	58,1	110,9	113,8
P6 B	125,8	107,1	64,1	119,8	92,2
P7 A	84,1	62,6	71,4	85,1	76,9
P7 B	94,6	73,3	67,5	104,7	86,5
P8 A	10,3	9,4	8,0	11,6	10,3
P8 B	5,3	5,3	3,7	5,9	5,6
P9 A	128,1	91,5	93,3	131,9	128,9
P9 B	132,7	91,7	101,1	138,5	114,0
P12 A	138,2	91,4	100,9	127,4	128,5
P12 B	130,7	85,3	84,6	125,4	114,8
P13 A	16,8	13,7	17,3	20,2	18,6
P13 B	44,5	37,4	37,6	46,8	42,2

AR = água-régia; NP = nitroperclórica; TRI = triácido; MW = microondas; SULF = sulfúrico.

Quanto ao Fe (Tabela 5), observa-se que, à exceção da digestão nitroperclórica, o método da digestão triácida apresentou resultados menores que os outros métodos, o que pode ser constatado pelo coeficiente angular acima de 1 e fora do intervalo de confiança (Tabela 6). O teste "t" corrobora esta observação.

TABELA 6. Alguns parâmetros associados à regressão linear ($Y = aX + b$) e ao teste "t" de médias pareadas dos 5 métodos de digestão estudados para o elemento Fe.

Y	X	a	b	Intervalo de confiança (1%)		F	"t"
				a (±)	b (±)		
AR	TRI	1,46	-0,06	0,32	1,77	182,62**	3,47**
MW	TRI	1,44	-0,08	0,24	1,33	312,25**	3,78**
NP	TRI	1,02	0,18	0,29	1,64	103,55**	0,79 ns
SULF	TRI	1,31	-0,08	0,23	1,29	273,44**	3,25**

AR = água-régia; NP = nitroperclórica; TRI = triácido; MW = microondas; SULF = sulfúrico.

** = significância a 1%; ns = não significativo.

Com respeito ao Mn (Tabela 7), tomando-se como base a regressão linear, nota-se que a digestão sulfúrica apresenta melhor performance do que a digestão triácida e, conseqüentemente, que os outros 3 métodos (nitroperclórico, água-régia, triácido modificado para microondas). Vale ressaltar, porém, que o teste "t" não discriminou a diferença dos resultados com relação ao ataque sulfúrico, o que prejudica a interpretação.

TABELA 7. Alguns parâmetros associados à regressão linear ($Y = aX + b$) e ao teste "t" de médias pareadas dos 5 métodos de digestão estudados para o elemento Mn.

Y	X	a	b	Intervalo de confiança (1%)		F	"t"
				a (±)	b (±)		
AR	TRI	1,02	-43,28	0,21	103,93	190,98**	-1,43 ns
MW	TRI	0,89	13,73	0,30	145,46	74,90**	-0,54 ns
NP	TRI	0,89	-53,89	0,26	124,37	102,88**	-2,68 ns
SULF	TRI	1,59	-109,18	0,33	159,29	197,75**	1,18 ns

AR = água-régia; NP = nitroperclórica; TRI = triácido; MW = microondas; SULF = sulfúrico.

** = significância a 1%; ns = não significativo.

De maneira geral, os resultados sugerem que o ataque sulfúrico esteja apresentando resultados superiores nas determinações de Fe e Mn, para as amostras analisadas, provavelmente por ser muito eficiente na dissolução dos óxidos, principal mineral de Fe e Mn em solos tropicais (Bataglia, 1991; Borkert, 1991). No caso do Zn, as formas silicatadas passam a ter papel importante (Souza & Ferreira, 1991), tornando, por isso, as aberturas com HF também bastante efetivas na extração desse elemento (Tabela 8).

TABELA 8. Alguns parâmetros associados à regressão linear ($Y = aX + b$) e ao teste "t" de médias pareadas dos 5 métodos de digestão estudados para o elemento Zn.

Y	X	a	b	Intervalo de confiança (1%)		F	"t"
				a (±)	b (±)		
AR	TRI	0,39	4,26	0,16	8,59	49,20**	-3,6**
MW	TRI	0,89	8,11	0,28	15,06	84,04**	1,06 ns
NP	TRI	0,43	2,60	0,22	11,58	33,61**	-3,63**
SULF	TRI	0,85	5,21	0,29	15,59	72,21**	-0,18 ns

AR = água-régia; NP = nitroperclórica; TRI = triácido; MW = microondas; SULF = sulfúrico.

** = significância a 1%; ns = não significativo.

Para as condições experimentais utilizadas, o ataque sulfúrico parece ter sido mais eficiente na extração dos elementos Fe, Mn e Zn nos solos estudados.

A digestão por microondas em sistema fechado é um método promissor que apresenta uma série de vantagens no que diz respeito ao tempo de análise, segurança e consumo de reagentes. No que diz respeito aos elementos Fe e Zn, os resultados demonstram a eficiência do método. No caso do Mn, devido à discrepância entre os 2 métodos estatísticos utilizados para a relação entre o ataque sulfúrico e a digestão triácida, há necessidade de se fazer uma melhor investigação. Os outros dois métodos de digestão (água régia e nitroperclórica) apresentam problemas de eficiência, principalmente no que diz respeito à extração de Mn e Zn.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALLOWAY, B.J. **Heavy metals in soils**. [S.l.] : Blackie and Son, 1990. 339p.
- BATAGLIA, O.C. Ferro. In: SIMPÓSIO SOBRE MICRONUTRIENTES NA AGRICULTURA, 1., 1988, Jaboticabal. **Anais**. Piracicaba: POTAFOS / CNPq, 1991. p.159-172.
- BERNAS, B. A new method for decomposition and comprehensive analysis of silicates by atomic absorption spectrometry. **Analytical Chemistry**, Washington, v.40, n.11, p.1682-1686, 1968.
- BERROW, M.L.; STEIN, W.M. Extraction of metals from soils and sewage sludges by refluxing with aqua regia. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v.108, p.277-285, 1983.
- BOCK, R. **A handbook of decomposition methods in analytical chemistry**. London: Blackie, 1979. 444p.
- BORKERT, C.M. Manganês. In: SIMPÓSIO SOBRE MICRONUTRIENTES NA AGRICULTURA, 1., 1988, Jaboticabal. **Anais**. Piracicaba: POTAFOS / CNPq, 1991. p.159-172.
- DIAZ-BARRIENTOS, E.; MADRID, L.; CABRERA, F.; CONTRERAS, M.C. Comparison of two methods of sample preparation for determination by atomic absorption spectrophotometry of heavy metals in soils and sediments. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.22, n.15/16, p.1559-1568, 1991.
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. Não paginado.
- JOHNSON, W.M.; MAXWELL, J.A. **Rock and mineral analysis**. [S.l.] : Krieger, 1989. 489p.
- KINGSTON, H.M.; JASSIE, L.B. Microwave energy for acid decomposition at elevated temperatures and pressures using biological and botanical samples. **Analytical Chemistry**, Washington, v.58, n.12, p.2534-2541, 1986.
- KRISHNAMURTI, G.S.R.; HUANG, P.M.; REES, K.C.J. van; KOZAK, L.M.; ROSTAD, H.P.W. Microwave digestion technique for the determination of total cadmium in soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.25, n.5/6, p.615-625, 1994.
- LANGMYHR, F.J.; PAUS, P.E. The analysis of inorganic siliceous materials by atomic absorption spectrophotometry and the hydrofluoric acid decomposition technique: part 1. The analysis of silicate rocks. **Analytica Chimica Acta**, Amsterdam, v.43, p.397-408, 1968.
- LECHLER, P.J.; ROY, W.R.; LEININGER, R.K. Major and trace element analysis of 12 reference soils by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry. **Soil Science**, Baltimore, v.130, p.238-241, 1980.

Pesq. and. CNPS, n.1, agosto 1997, p.10

LIM, C.H.; JACKSON, M.L. Dissolution for total elemental analysis. In: PAGE, A.L. **Methods of soil analysis: chemical and microbiological properties**. 2.ed. [S.l.] : ASA / SSSA, 1982. part 2, p.1-12.

MILLER, J.C.; MILLER, J.N. **Statistics for analytical chemistry**. 3.ed. Chichester : E. Horwood, 1994. 233p.

MOODY, J.R.; BEARY, E.S. Purified reagents for trace metal analysis. **Talanta**, Oxford, v.29, p.1003-1010, 1982.

SCOTT, K. Cause and control of losses of chromium during nitric-perchloric acid oxidation of aquatic sediments. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v.103, p.754-758, 1978.

SOUZA, E.C.A. de; FERREIRA, M.E. Zinco. In: SIMPÓSIO SOBRE MICRONUTRIENTES NA AGRICULTURA, 1., 1988, Jaboticabal. **Anais**. Piracicaba : POTAFOS/CNPq, 1991. p.159-172.

ZIEF, M.; MITCHELL, J.W. **Contamination control in trace element analysis**. New York : J. Wiley, 1976. p.93.

Tiragem: 200 exemplares

Produção editorial e impressão:

ACE - Setor de Comunicação Científica