

Estratégias de preparo de amostras para determinação de arsênio em fertilizantes minerais

Raquel C. Machado^{1,2*} (PG), Edenir R. Pereira Filho¹ (PQ), Ana Rita A. Nogueira² (PQ)
 raquelcm.quim@gmail.com

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, Caixa Postal 676, CEP 13565-905, São Carlos, SP.

² Embrapa Pecuária Sudeste, Caixa Postal 339, CEP 13560-970, São Carlos, SP

Palavras Chave: digestão, bloco digestor, micro-ondas, HG AAS.

Introdução

Para proporcionar a ampliação do rendimento na produção agrícola, mais de 8,9 milhões de toneladas de fertilizantes são utilizados nos solos brasileiros a cada ano. Entretanto, além de fornecer nutrientes essenciais para o crescimento das plantações, os fertilizantes podem ser fontes de elementos tóxicos, tais como As (presente naturalmente em rochas fosfatadas e em outros materiais que lhes dão origem)¹. A exposição às espécies inorgânicas de As durante longos períodos pode levar a doenças cardiovasculares, distúrbios do sistema nervoso central e câncer de pele. Desta forma, o monitoramento deste elemento em fertilizantes é importante, pois sua presença em níveis elevados no solo pode contaminar os alimentos ali cultivados.

Para a realização dos estudos, utilizou-se material de referência certificado (NIST 695 - *Trace Elements in multi-nutrient fertilizers*). Como estratégia de preparo de amostra, foram testadas duas possibilidades: (1) uso de bloco digestor e (2) forno de micro-ondas fechado. Em ambos procedimentos foi utilizado planejamento fatorial para investigar as seguintes variáveis: (1) tipo de reagentes (HNO_3 7 mol L⁻¹ + H_2O_2 (30% m m⁻¹) ou água régia), (2) relação tempo e temperatura e (3) se os reagentes seriam diluídos ou não. Em cada experimento, foram pesados 200 mg da amostra, que foi digerida em bloco digestor com tubos de PTFE fechados de baixa pressão (Sevillax) e também um forno com radiação micro-ondas (MW) com o seguinte programa de aquecimento: etapa 1: 20 min, 200 °C, 1100 W; etapa 2: 20 min, 200 °C, 1100 W. O As foi determinado utilizando um Espectrômetro de absorção atômica (Varian AA240FS) acoplado com um sistema para geração de hidretos (HGAAS)². Como resposta analítica, foi utilizada a recuperação do As. Essa resposta foi normalizada entre 0 e 1, onde o 1 representa recuperação de 100% (resposta desejada). No caso de recuperações superiores e inferiores a 100% os dados foram codificados entre 0 e 1. De acordo com o planejamento fatorial, as condições ótimas de trabalho para digestão em bloco e digestão em

forno por radiação micro-ondas são apresentadas na tabela 1.

Tabela 1. Condições otimizadas para as digestões do material de referência feitas em bloco digestor e em forno por radiação micro-ondas.

Parâmetros	Digestão em bloco	Digestão MW
Reagente	HNO_3 7 mol/L + H_2O_2 (30 % m m ⁻¹)	HNO_3 7 mol/L + H_2O_2 (30 % m m ⁻¹)
Tempo	4 h	Fixo (ver programa)
Concentração dos reagentes	com diluição 1:1	com diluição 1:1

Na tabela 2, são apresentados os resultados obtidos por meio das condições descritas na tabela 1.

Tabela 2. Valores de As obtidos por HGAAS, em material de referência, empregando as condições otimizadas de cada procedimento de digestão (n=2)

Procedimento	Encontrado ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Rec. de As (%)	Certificado ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Bloco digestor	190 ± 16	95	200 ± 5
MW	205 ± 18	102	

Aplicando-se o teste *t* pareado, observou-se que não há diferença estatística ao nível de 95 % de confiança entre os valores de recuperação de As obtidos nos procedimentos de digestão em bloco e em MW.

Conclusões

As condições otimizadas para os procedimentos de digestão em bloco e em forno por radiação micro-ondas apresentam valores estatisticamente similares de recuperação de As para o material de referência analisado. Dessa forma, pode-se afirmar que o uso do bloco digestor com tubos de PTFE fechados pode ser uma alternativa para o procedimento de digestão de fertilizantes minerais.

Agradecimentos

À Capes/Embrapa pela bolsa concedida.

¹ Malavolta, E.; Moraes, M.F. *Fertilizantes e sustentabilidade na agricultura*. Rio de Janeiro: CETEM, 2009.

² Batista E.F. et al. *Food Anal Methods*. 2013, 6, 1212.