



# 18º ENCONTRO NACIONAL DE QUÍMICA ANALÍTICA

FLORIANÓPOLIS, SC, 2016

## AValiação de Métodos de Preparo de Amostras para Fertilizantes Comerciais de Liberação Controlada

**Cibeli L. Costa<sup>a,b</sup> (PG)<sup>a,b</sup>, Alberto C. C. Bernardi (PQ)<sup>a</sup>, Ana Rita de A. Nogueira (PQ)<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP, Brasil, 13560-970

<sup>b</sup>Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, Grupo de Análise Instrumental Aplicada, São Carlos, SP, Brasil, 13565-905

\*e-mail: [cibelilira@hotmail.com](mailto:cibelilira@hotmail.com)

Fertilizantes de liberação controlada têm sido desenvolvidos e comercializados, trazendo além dos teores de nutrientes esperados, uma película polimérica encapsulando a fórmula de garantia NPK. Essa cápsula polimérica tem composição não informada pelos fabricantes e promete o controle de liberação dos nutrientes<sup>1</sup>. Possuindo características diversas dos fertilizantes minerais ou orgânicos tradicionais, esses produtos podem apresentar divergências referentes à determinação de seus nutrientes<sup>2</sup>, sendo importante o conhecimento dos teores totais dos constituintes. Por ainda não estarem incluídos na regulamentação dos procedimentos analíticos, este trabalho avalia métodos de preparo de amostras, por vias úmida e seca, para determinação de Ca, Na, B, Mg, Cu, K e P em amostras de fertilizantes. Foram comparados quatro procedimentos para a decomposição das amostras. Dois deles empregando decomposição assistida por radiação micro-ondas com frascos fechados, o método 3051 determinado pela EPA (US Environmental Protection Agency) que emprega 500 mg de amostra e 10 mL de HNO<sub>3</sub> 14 mol L<sup>-1</sup> com programa de aquecimento totalizando 16 min seguido de etapa de resfriamento e outro utilizando 200 mg de amostra e mistura de 5 mL de HNO<sub>3</sub> 7 mol L<sup>-1</sup> + 2 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 % m m<sup>-1</sup>) e programa de aquecimento de 40 min seguido de etapa de resfriamento; além desses foi avaliada a decomposição em bloco digestor com frascos rosqueáveis de PFA (polifluoralcoxi). Massa de 200 mg de amostra foi pesada diretamente nos frascos e a seguir foram adicionados 7 mL de HNO<sub>3</sub> 7 mol L<sup>-1</sup> + 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 % m m<sup>-1</sup>). A mistura foi aquecida a 110 °C por 4 h; por último foi realizada decomposição por via seca em mufla micro-ondas, sendo 500 mg de amostra pesada em cadinho de alfa-alumina e aquecida à 500 °C por 45 min. Após resfriado o digerido foi recuperado em 0,5 mL de HNO<sub>3</sub> 14 mol L<sup>-1</sup>. Todos os digeridos tiveram o volume completado para 50 mL com água e foram analisados por espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) em faixas de concentração de 0 a 100 mg L<sup>-1</sup> para os analitos Ca, K e P e de 0 a 10 mg L<sup>-1</sup> para B, Cu, Na e Mg; essa técnica é de uso recente, mas que tem apresentado bons resultados para a finalidade proposta<sup>3</sup>. Em todos os procedimentos foi utilizado material de referência certificado de fertilizante (NIST 695) para a validação dos métodos, com intervalos de recuperações alcançadas de 91-121% para o método 3051 (EPA), de 78-103% para o segundo método de decomposição por radiação micro-ondas, de 65-99% para o método de decomposição em bloco digestor e, de 81-102% para a decomposição em mufla micro-ondas. Os procedimentos foram aplicados a duas amostras comerciais de fertilizante de liberação controlada, com teores percentuais (m m<sup>-1</sup>) de N, P e K diferentes (respectivamente 14-14-14 e 15-09-12) e composição micro elementar distintas, sendo obtidos resultados em conformidade com o descrito nas embalagens. Dos procedimentos avaliados, a decomposição por via seca assistida por radiação micro-ondas mostrou-se como método de decomposição alternativo ao 3051, por apresentar valores de recuperação adequados, com baixos LODs para os analitos estudados, maior facilidade operacional, menor tempo do procedimento e menor necessidade de reagentes.

<sup>1</sup> TRENKEL, M. E. Slow and Controlled Release and Stabilized Fertilizers: An Option for Enhancing Nutrient Use Efficiency in Agriculture. Paris, International Fertilizer Industry Association (IFA), 2010. 163p.

<sup>2</sup> SHAVIV, A. Adv. Agron., 71, 1-49, 2001.

<sup>3</sup> LI, W.; SIMMONS, P.; SHRADER, D.; HERRMAN, T. J.; DAI, S. Y.. Talanta, 112, 43-48, 2013.