

## AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE UM ICP OES COM CONFIGURAÇÃO RADIAL E DETECTOR DE ESTADO SÓLIDO NA ANÁLISE DE EXTRATOS DE SOLOS EM MEIO ORGÂNICO

Edivan C. Vieira<sup>1,2</sup>(PG), Lilian C. Trevizan<sup>2</sup>(PG), Joaquim A. Nobrega<sup>2</sup>(PQ) e Ana Rita A. Nogueira<sup>1,2</sup>(PQ). edivanvieira@yahoo.com.br

<sup>1,2</sup> Grupo de Análise Instrumental Aplicada - GALA

<sup>1</sup> Embrapa Pecuária Sudeste, Caixa Postal 339, 13560-970, São Carlos SP

<sup>2</sup> Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP

O uso de ácido dietilenotriaminopentacético - DTPA como complexante de íons metálicos biodisponíveis no solo tem sido frequentemente adotado em laboratórios de análises de solos. Alumínio, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V e Zn<sup>1,2</sup> têm sido extraídos com DTPA. Dentre as técnicas empregadas para determinação de íons metálicos, espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente - ICP OES está entre as técnicas mais apropriadas para análises multielementares. No início dos anos 90, surgiram os espectrômetros equipados com dispositivos de carga acoplada chamados de detector de estado sólido - CCD e uso monocromadores com montagem Littrow/Echelle<sup>3</sup>. Esse conjunto possibilita alcançar ampla faixa linear de resposta, leitura simultânea em uma ampla região do espectro eletromagnético, além de possibilitar a leitura simultânea de mais de um comprimento de onda simultâneo para um mesmo elemento<sup>4</sup>. Quando compostos orgânicos são introduzidos no plasma podem produzir emissões não-específicas no analito de interesse, alterando a radiação de fundo em cada comprimento de onda e afetando a sensibilidade do método em consideração<sup>5</sup>. Embora recomendada, faz-se necessário um estudo para avaliar a interferência do DTPA em análises por ICP OES. O objetivo desse trabalho é a avaliação das condições de operação de um espectrômetro de emissão óptica plasma acoplado indutivamente, com configuração radial, CCD e monocromador com montagem Littrow/Echelle para determinações multielementares em meio de solução extratora de DTPA + trietanolamina - TEA + CaCl<sub>2</sub>, comparando o desempenho do equipamento para análises realizadas com soluções em meio de HNO<sub>3</sub> 1% v/v. Soluções de referência para calibração externa do equipamento foram preparadas em concentrações que variam de 0,1 a 10 mg l<sup>-1</sup> de Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V e Zn em meio de HNO<sub>3</sub> 1% ou em meio de solução extratora de DTPA, todas preparadas a partir de solução estoque 1000 mg l<sup>-1</sup>. Adições e recuperações dos mesmos minerais em extratos de solos também foram estudadas. Foram avaliadas em média 4 linhas de emissão para cada um dos elementos estudados. Um planejamento fatorial estrela com triplicata do ponto central foi delineado variando-se: a potência de rádio-freqüência entre 0,7 e 1,4 kW, a vazão do gás de nebulização entre 0,6 e 1,4 L min<sup>-1</sup> e a altura de observação entre 6 e 16 mm. Baixos limites de detecção - LODs foram obtidos quando o equipamento foi operado com elevada potência aplicada (1,4 kW) e baixa vazão do gás de nebulização (0,6 l min<sup>-1</sup>). Foi possível quantificar e recuperar, em extratos de solos em meio de DTPA, a maioria dos elementos Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V e Zn em concentrações de aproximadamente 0,2 mg l<sup>-1</sup> quando o equipamento foi operado com maior potência aplicada e menor vazão do gás de nebulização. Já quando o plasma foi operado com menor potência e maior vazão, os LODs foram quase sempre pelo menos 10 vezes superiores e os desvios padrão entre as replicatas superiores a 10% (n=3). Quando o plasma foi operado com maior potência e menor vazão do gás de nebulização, tanto em meio de HNO<sub>3</sub> 1% como em meio orgânico (DTPA) foram obtidos LODs semelhantes, indicando que nessas condições o meio não prejudicou a sensibilidade e recuperação dos analitos. A seleção do comprimento de onda é um fator crítico, porém pode-se ressaltar que para a maioria dos elementos há ao menos um comprimento de onda que possibilita adequada sensibilidade e exatidão.

1. J.J. Wang, D.L. Harrell, R.E. Henderson, P.F. Bell; *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 35 (2004) 145-160.
2. B. van Ruij, J.C. Andrade, H. Cantarella, J.A. Quaggio; *Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais*. Campinas, Instituto Agronômico, 2001.
3. J.M. Mermet; *J. Anal. At. Spectrom.*, 20 (2005) 11-16.
4. M. Iglésias, T. Vaculovic, J. Studynkova, E. Poussel, J.M. Mermet; *Spectrochim. Acta B*, 59 (2004) 1841-1850.
5. V. Thomsen, G. Roberts, K. Burgess; *Spectrosc.*, 15 (2000) 33.

CNPq e FAPESP.

PROCI-2005.00275  
VIE  
2005  
SP-2005.00275