

**AValiação DE QUATRO TIPOS DE ABERTURA PARA DETERMINAÇÃO DOS TEORES TOTAIS DE FERRO, MANGANÊS, ZINCO E COBRE EM ALGUNS SOLOS.** Marcelo Francisco Costa Saldanha<sup>1</sup>; Daniel Vidal Pérez<sup>1</sup>; Neli do Amaral Meneguelli<sup>1</sup>; Josino Costa Moreira<sup>2</sup>; Delmo Santiago Vaitsman<sup>3</sup>; EMBRAPA-CNPS, Rua Jardim Botânico, 1024, cep.22460-000, Rio de Janeiro, RJ, e-mail: daniel@cnpes.embrapa.br; FIOCRUZ-CESTEh, cep.21045-900; UFRJ-CT-IQ-DQA, cep.21949-900

Palavras chave: água régia; digestão triácida, microondas; ataque sulfúrico

A seleção da maneira correta de se decompor a amostra de solo é fator determinante para o sucesso da análise. O grande número de métodos possíveis disponíveis para o analista aumenta, mais ainda, a importância das considerações envolvidas na escolha. Não existe unanimidade em relação ao tipo de abertura ou lixiviação que seria mais representativa 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. É objetivo, portanto, do presente estudo avaliar quatro tipos diferentes de abertura total em solos com relação à capacidade de extração dos elementos ferro (Fe), manganês (Mn), zinco (Zn) e cobre (Cu).

Os métodos escolhidos foram selecionados dentre os mais utilizados para análise de solos que são a digestão com água-régia, o ataque triácido (HF, HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub>), além da digestão sulfúrica e a digestão por microondas utilizando mistura triácida (HF, HNO<sub>3</sub>, HCl).

Foram escolhidos quinze perfis de solo da soloteca da EMBRAPA-CNPS, cuja classificação e localização encontram-se na tabela 1, e selecionados os horizontes diagnósticos superficiais (A) e subsuperficiais (B) para determinação dos quatro elementos.

Tabela 1 : Classificação e localização dos quinze perfis de solos selecionados.

<b>Identificação</b>	<b>Classificação</b>	<b>Localização (Município, Estado)</b>
P1	Podzólico Vermelho-Amarelo	Tibagi, PR
P2	Podzólico Vermelho-Amarelo	Carmópolis, SE
P3	Podzólico Vermelho-Amarelo	Campo Alegre, AL
P4	Podzólico Vermelho-Amarelo	Boa Vista, RR
P5	Podzólico Vermelho-Amarelo	Tefé, AM
P6	Latossolo variação Una	São Gotardo, MG
P7	Latossolo Vermelho-Escuro	Goianópolis, GO
P8	Gley Húmico	Planaltina, DF
P9	Latossolo Bruno/Roxo	Xanxerê, SC
P10	Latossolo Amarelo	Acará, PA
P11	Brunizem	Corumbá, MS
P12	Latossolo Bruno	S. Francisco de Paula, RGS
P13	Podzólico Vermelho-Escuro	Rio Branco, AC
P14	Podzólico Vermelho-Escuro	Catende, PE
P15	Podzol Hidromórfico	Quissamã, RJ

A determinação dos elementos foi realizada na PUC-RJ, em um equipamento ICP-AES Perkin-Elmer modelo OPTIMA 1000, cujas condições de operação foram as seguintes: a) comprimentos de onda (em nm) selecionados para Cu, Zn, Mn e Fe foram, respectivamente, 324,754, 213,856, 257,610 e 238,204; b) potência de 1200W; c) potência refletida menor que 5W; d) fluxo de gás refrigerante de 10,5l/min; e) fluxo de plasma de 1,5l/min.; f) taxa de aspiração de amostra de 2,4ml/min.; g) altura de observação de 15mm; h) tempo de integração de 20s.

Utilizaram-se, para avaliar a qualidade, a correlação e a coerência dos resultados obtidos, o teste “t” de médias pareadas e o método da regressão linear.

Ao se comparar as aberturas com água régia e mistura triácida, não se verificaram diferenças significativas entre os métodos para os elementos manganês, ferro e cobre. Para zinco, os resultados mostraram que a abertura triácida foi bem mais eficiente. Como era previsto, a comparação entre os métodos com água régia e mistura triácida por microondas mostrou comportamento muito semelhante à comparação anterior, uma vez que as aberturas usando mistura triácida em cadinhos de platina abertos e as que usam digestão por microondas são semelhantes, havendo apenas a substituição de ácido perclórico por ácido clorídrico, por razões de segurança, no uso de forno de microondas. Mais uma vez, não foram observadas diferenças significativas para manganês, ferro e cobre, como na comparação anterior. Para zinco, houve diferença significativa entre as metodologias, indicando que as mesmas não se equivalem. O melhor desempenho na utilização de forno de microondas, mesmo com a substituição de ácido perclórico, um bom agente oxidante, por ácido clorídrico, pode ser explicado pelo fato de que, como se trabalha em um sistema sob pressão, e conseqüentemente com maiores regimes de temperatura, obtém-se um poder de oxidação muito maior da mistura ácida, principalmente do ácido nítrico, o que melhora a eficiência da digestão. A comparação entre os métodos com água régia e ácido sulfúrico diluído (1:1) também não apresentou diferenças significativas para o manganês, ferro e cobre. Já o zinco apresentou diferenças significativas entre os métodos, sendo aquele que utiliza ácido sulfúrico mostrou-se mais eficiente. Como poderia se prever, a comparação entre os métodos com mistura triácida e mistura triácida por microondas, por serem bastante semelhantes, mostrou haver ótima concordância entre os resultados obtidos. A dúvida recaí, nesta comparação, sobre o zinco, que apresentou bons valores para “t” (0,366) e para r (0,760), porém um coeficiente angular baixo (0,68), contrariando a correspondência entre os dois métodos para a determinação deste elemento. Quanto ao manganês e cobre a correlação e valor de “t” encontrados indicam que os dois métodos foram equivalentes. O elemento ferro mostrou ser melhor extraído na digestão por microondas, apesar das diferenças não terem sido significativas entre os métodos. Não foram observadas diferenças significativas entre os métodos com mistura triácida e ácido sulfúrico diluído (1:1) para os elementos zinco, manganês, ferro e cobre. Como na comparação anterior, os elementos zinco, manganês, ferro e cobre apresentaram resultados bastante concordantes entre os métodos com mistura triácida por microondas e ácido sulfúrico diluído (1:1), com ênfase especial para o cobre, que apresentou coeficiente de correlação de 0,999 e coeficiente angular da reta ajustada de 1,11, além de um valor “t” bastante baixo (0,225).

O presente estudo mostrou que a abertura triácida, em cadinhos de platina, apesar de ser muito eficiente para a maioria dos elementos estudados, além de ser um método utilizado há muito tempo, tem a desvantagem de utilizar ácido perclórico e de consumir muito tempo do analista, pois é feita em várias etapas e com evaporação. A utilização de um método alternativo com digestão por microondas, em um sistema fechado, mostrou-se altamente eficiente e livre do problema de perdas na etapa de digestão, seja por volatilização ou por projeção de material, fatos que são observados nas digestões em sistemas abertos. O uso de quantidades menores, tanto de

amostra quanto de ácidos, também é uma grande vantagem dos sistemas de digestão por microondas fechados, pois se trabalha com mais economia, segurança e praticidade. A digestão com ácido sulfúrico diluído (1:1) demonstrou-se mais eficiente do que se esperava, mostrando-se similar, inclusive, à digestão triácida e à triácida por microondas. A grande desvantagem do método, porém, está no fato de o íon sulfato formar precipitado com uma série de outros elementos de interesse presentes no solo, tais como cálcio, mercúrio, prata, estrôncio, bário e chumbo, o que limita o uso desta metodologia. Um detalhe importante a ser observado é o fato dos elementos manganês, ferro e cobre não terem apresentado diferenças significativas entre nenhuma das comparações feitas, demonstrando serem muito fáceis de analisar e pouco sujeitos às interferências espectrais e às limitações próprias de cada abertura.