



# FERTBIO 2012

A responsabilidade socioambiental da pesquisa agrícola  
17 a 21 de Setembro - Centro de Convenções - Maceió/Alagoas

## DETERMINAÇÃO DO TEOR DE NITROGÊNIO EM FERTILIZANTES NITROGENADOS UTILIZANDO 2 MÉTODOS

**Ioná Rech<sup>(1)</sup>; Rodrigo Cavalini Mendes<sup>(2)</sup>; André Marcelo de Souza<sup>(3)</sup>; José Carlos Polidoro<sup>(4)</sup>; Fabiano de Carvalho Balieiro<sup>(4)</sup>; David Vilas Boas de Campos<sup>(4)</sup>**

<sup>(1)</sup> Metranda do Programa de Pós-graduação em Solos e Nutrição de Plantas, Departamento de Ciência do Solo, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"/ESALQ, Avenida Pádua Dias, 11, CEP 13418-900, Piracicaba, SP, [agr.rech@gmail.com](mailto:agr.rech@gmail.com); <sup>(2)</sup> Engenheiro agrônomo – Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1024, 22460-000; [rmendes@gmail.com](mailto:rmendes@gmail.com); <sup>(3)</sup> Analista – Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1024, 22460-000; [andre.souza@cnps.embrapa.br](mailto:andre.souza@cnps.embrapa.br); <sup>(4)</sup> Pesquisador - Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1024, 22460-000; [polidoro@cnps.embrapa.br](mailto:polidoro@cnps.embrapa.br); [balieiro@cnps.embrapa.br](mailto:balieiro@cnps.embrapa.br); [davidcampos@cnps.embrapa.br](mailto:davidcampos@cnps.embrapa.br).

**RESUMO** – A Embrapa Solos vem desenvolvendo tecnologias de produção de fertilizantes nitrogenados com características de liberação lenta ou controlada de nitrogênio. Uma das análises fundamentais na avaliação de fertilizantes é a concentração de nutrientes e está relacionada a qualidade dos fertilizantes. Para a análise dos teores de N foram escolhidas 8 ureias de liberação lenta, produzidas no Laboratório de Tecnologia de Fertilizantes da Embrapa Solos identificados por: NZN 1, NZN 2, NZN 3, NZN 4, à base de aluminossilicato com 40,5, 38,3, 36 e 33,8 % de N, respectivamente, e formulações a base de aluminossilicato indentificados por: NZC 1, NZC 2, NZC 3 e NZC 4, com teores de N correspondente a 41,6, 38,3, 33,8 e 31,5%, respectivamente, e mais 3 uréias comerciais: Uréia Heringer, Uréia Nitro MAIS, Uréia Nitro Gold e uréia em pó (moída finamente) que é a matéria prima da granulação.

Desta forma, para a determinação do teor de nitrogênio foi utilizado o método oficial do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA (Método 1) e também um método proposto pelo fabricante do equipamento microdestilador (Método 2), com o objetivo de verificar as possíveis diferenças ou não entre os métodos na determinação dos teores totais de N por meio de comparação dos resultados obtidos entre estes dois. Os resultados dos teores de N obtidos com os dois métodos foram semelhantes com 95% e 99% de confiança, e os valores da % N teórica são equivalentes aos valores calculados por ambos os métodos.

**Palavras-chave:** fertilizantes de liberação lenta, comparação de métodos.

**INTRODUÇÃO** – Os fertilizantes nitrogenados são produtos de natureza fundamentalmente mineral, natural ou sintético, obtidos por processo físico, químico ou físico-químico, fornecedores de nitrogênio. Atualmente, a ureia tem merecido destaque na pesquisa agropecuária, pois corresponde a 60 % dos fertilizantes nitrogenados em uso no Brasil, seguida do sulfato de amônio. De acordo com dados do Ministério da Fazenda (2011), cerca de

75% das fontes nitrogenadas é proveniente de importações. As principais vantagens do uso da uréia são sua alta concentração de nitrogênio, menores custos por unidade de nitrogênio, além da alta solubilidade, baixa corrosividade e facilidade de mistura com outras fontes (Melgar et al., 1999). A principal desvantagem da uréia é a perda de N por volatilização de  $\text{NH}_3$ , especialmente quando o fertilizante é aplicado na superfície do solo (Cantarella, 2007).

As perdas de N por volatilização podem ser reduzidas utilizando minerais do grupo dos aluminossilicatos como aditivo aos fertilizantes, atuando no controle da retenção e liberação de  $\text{NH}_4^+$ . Segundo estudos realizados por Bernardi et al. (2007), o uso da mistura de ureia com 25% destes minerais proporciona a melhor utilização do N nas doses mais elevadas deste fertilizante, indicado pelo maior teor foliar desse nutriente.

Tanto os fertilizantes tradicionais quanto aos fertilizantes que agregam novas tecnologias devem seguir os conceitos de qualidade de um produto industrial, que é bastante amplo e diversificado. As características de qualidade dos fertilizantes são as condições naturais ou artificiais com que esses produtos podem se apresentar e tem relação direta ou indireta com sua eficiência. Filho et. al. (1988) descreve no Manual de controle de qualidade de fertilizantes minerais sólidos, da Associação Nacional para a Difusão de Adubos e Corretivos Agrícolas (ANDA), que as características podem ser de natureza física como: estado físico; granulometria; consistência; fluidez e densidade; características de natureza físico-química: solubilidade; higroscopicidade; empedramento e índice salino; características químicas: número de nutrientes, forma química de nutrientes e concentração dos nutrientes. A concentração de nutrientes é uma das características preponderantes relativa a qualidade dos fertilizantes é a concentração de nutrientes neles contidos. Os fertilizantes com alta concentração de nutrientes apresentam vantagens econômicas quanto ao armazenamento, transporte e distribuição.

De acordo com as normas da ABNT (2005) pode-se utilizar métodos de análise, neste caso para determinar a concentração de nutrientes de fertilizantes, desenvolvidos

ou adotados pelo laboratório ou ainda aqueles especificados pelo fabricante do equipamento.

Com base nisso, a Embrapa Solos vem estudando a tecnologia de produção desses fertilizantes e um aspecto importante na caracterização desses materiais produzidos é análise do teor total do nitrogênio presente nesses produtos. Este estudo teve como objetivo comparar o método oficial descrito pelo Manual de Análises de Fertilizantes do MAPA com outro método alternativo utilizando ácido sulfúrico, sulfato de potássio e sulfato de cobre.

**MATERIAL E MÉTODOS** – Foram escolhidas 12 amostras de fertilizantes nitrogenados, sendo 3 uréias comerciais, Uréia Heringer, Uréia Nitro MAIS, Uréia Nitro Gold e a matéria prima para granulação que é a uréia em pó (moída finamente,) e 8 uréias de liberação lenta, produzidas no Laboratório de Tecnologia de Fertilizantes da Embrapa Solos, adicionadas de aluminossilicatos. Os fertilizantes identificados por: NZN 1, NZN 2, NZN 3, NZN 4, à base de aluminossilicato, apresentam 40,5, 38,3, 36 e 33,8 % de N, respectivamente, e NZC 1, NZC 2, NZC 3 e NZC 4, à base de aluminossilicato, apresentam teores de N correspondente a 41,6, 38,3, 33,8 e 31,5%, respectivamente.

O teor de nitrogênio dos fertilizantes foi determinado através de dois métodos. Foi utilizado o método oficial do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA (Método 1) e também um método alternativo (Método 2) proposto pelo fabricante do microdestilador (FOSS) e desta forma foi feita a comparação entre esses métodos analíticos, utilizando quatro repetições de cada produto, no Laboratório de Tecnologia de Fertilizantes na Embrapa Solos. Os dois métodos comparados neste estudo fundamentam-se na amonificação de todas as formas não amoniacais de nitrogênio seguida da destilação alcalina da amônia, que é recebida numa quantidade em excesso de ácido bórico. O borato de amônio formado é titulado com ácido padronizado.

O método oficial do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (Método 1) denominado de Micrométodo da Liga de Raney, é feita uma solubilização do fertilizante, e faz-se a digestão de uma alíquota junto com a liga de Raney e  $H_2SO_4$ . A amostra digerida é posteriormente destilada em equipamento destilador FOSS, recolhido em ácido bórico 4%, titulada em seguida com solução de ácido clorídrico em bureta automática.

O método alternativo (Método 2) difere do método oficial pela digestão da massa do fertilizante pesado usando  $K_2SO_4$ ,  $CuSO_4$  e  $H_2SO_4$ . A destilação e titulação são semelhantes ao método oficial.

Para avaliar os dois métodos estudados para a determinação de Nitrogênio (%N) dois testes estatísticos foram aplicados ao conjunto de dados o teste F de Fisher e o teste t de Student.

**RESULTADOS E DISCUSSÃO** – Para avaliar os dois métodos estudados para a determinação de Nitrogênio (%N) o teste F de Fisher e o teste t de Student foram aplicados ao conjunto de dados (Tabela 1). Para esta finalidade, todas as classes das diferentes amostras foram

consideradas como sendo apenas uma única classe, ou seja, replicatas de medidas, o que resultou em 42 medidas. Primeiramente, o teste F foi aplicado para as variâncias com o objetivo de avaliar as mesmas provêm de uma mesma população. O valor de F calculado foi 1,09 e o F crítico foi de 2,09, portanto, com 95% de confiança, as variâncias provêm da mesma população.

O teste t de Student para comparação entre duas médias, foi então aplicado com o objetivo de avaliar se os métodos estudados fornecem resultados equivalentes. A variância agrupada foi de 18,01 (82 graus de liberdade), o valor de t calculado foi de -0,86 e o valor de t crítico de 1,99 (teste t de duas caldas com 95% de confiança). Considerando que  $t_{calculado} < t_{crítico}$ , pode-se afirmar que os métodos estudados fornecem valores equivalentes de % N.

O teste t também foi aplicado para verificar se a média da % N obtidos por ambos os métodos está em concordância com o valor teórico para cada uma das classes de amostras estudadas, sendo que, neste caso, o teste t foi aplicado para 95% e 99% de confiança. A Tabela 2 apresenta os valores da % N teórica (valores médios), os valores médios da % N obtida pelo método 1 e pelo método 2, os valores de t calculados para ambos os métodos e o valor de t crítico para 95% e 99% de confiança.

Analisando os dados contidos na Tabela 2 - uma vez que os valores de t calculados estão fora da região de rejeição da hipótese nula para a maioria das classes ( $H_0$ : a média determinada experimentalmente é igual ao valor teórico), com 95% e 99% de confiança (graus de liberdade entre 3 e 4). Portanto, existe concordância entre o valor teórico, considerado como sendo o valor conhecido, e o valor calculado para ambos os métodos, com exceção de alguns casos, conforme observado na Tabela 2.

**CONCLUSÕES** – Pode-se concluir que ambos os métodos estudados fornecem resultados semelhantes com 95% e 99% de confiança, e que para a maioria das classes de amostras estudadas, os valores da % N teórica são equivalentes aos valores calculados por ambos os métodos.

**AGRADECIMENTOS** – À Embrapa Solos e a Empresa Celta Brasil por terem cedido informações técnicas e materiais para a realização do trabalho.

#### REFERÊNCIAS

- ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17025:2005. **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaios e de calibração**. Rio de Janeiro, 2005. 31p.
- BERNARDI, A. C. C., PAIVA, P. R. P., MONTE, M. B. M. Produção de matéria seca e teores de nitrogênio em milho para silagem adubado com uréia misturada a zeólita. São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2007. 6 p. (Embrapa Pecuária Sudeste. **Comunicado Técnico**, 77).
- CANTARELLA, H. Nitrogênio. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ V, V. H.; BARROS, N. F. de; FONTES, R. L. F.; CANTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L. **Fertilidade do solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciencia do Solo, 2007.

FILHO, H.M.; MORAES, P.R.; BARUFFI, U.S.; CARNEIRO, E.M.; RIBEIRO, C.R.T.; BIANCHI, J.T.; FINO, C.R.; OSHINA, E.H.; ALCARDE, J.C. **Manual de controle de qualidade de fertilizantes minerais sólidos**. ANDA, p.3 – 6. 1998.

MELGAR, R.; CAMOZZI, M. E.; FIGUEROA, M. M. **Guia de fertilizantes nitrogenados, enmiendas y productos nutricionales**. Buenos Aires: Instituto Nacional de Tecnología Agropecuária, v. 1, p. 13-25, 1999.

MINISTÉRIO DA FAZENDA; Secretaria de Acompanhamento Econômico – SEA: Panorama do mercado de fertilizantes – Maio/2011. Disponível em: <[http://www.seae.fazenda.gov.br/central\\_documentos/panorama\\_ssetoriais/i\\_fert\\_seae\\_011\\_fertilizantesglauco.pdf/view?searchterm=FERTILIZANTES](http://www.seae.fazenda.gov.br/central_documentos/panorama_ssetoriais/i_fert_seae_011_fertilizantesglauco.pdf/view?searchterm=FERTILIZANTES)> Acesso em 10 mar. 2012.

Amostra	Método 1 (%N)	Método 2 (%N)
1	45,1	45,3
2	44,9	46,4
3	45,1	45,9
4	45,3	45,5
5	37,0	40,2
6	37,0	40,4
7	36,9	40,5
8	42,5	45,1
9	42,1	43,7
10	42,7	43,1
11	43,4	46,1
12	43,6	46,6
13	43,8	45,9
14	40,4	40,4
15	40,9	40,7
16	40,9	41,3
17	37,1	38,5
18	37,5	38,7
19	38,4	37,8
20	38,0	39,3
21	38,6	37,3
22	41,6	40,6
23	42,1	38,7
24	36,4	36,9
25	36,8	36,5
26	36,3	37,6
27	36,8	36,2
28	42,8	41,7
29	41,6	43,4
30	39,5	41,7
31	39,9	39,3
32	39,1	38,0
33	39,3	40,2
34	38,9	39,1
35	33,1	34,7
36	34,2	33,0
37	33,1	33,0
38	32,9	36,9
39	30,9	32,5
40	31,1	31,8
41	31,1	31,8
42	31,9	32,1
Média	38,8	39,6
Variância	17,3	18,8

Tabela 1: Porcentagem de Nitrogênio (%N) obtida pelos dois métodos estudados.

**Tabela 2:** Comparação entre os valores teóricos de %N e os valores obtidos pelos métodos estudados e os respectivos valores de teóricos de t e t crítico.

Amostra	%N teórico	%N Método 1	%N Método 2	t calculado (Método 1)	t calculado (Método 2)	t crítico (0,05)	t crítico (0,01)
---------	------------	-------------	-------------	------------------------	------------------------	------------------	------------------

**- FERTBIO 2012 Maceió (AL), 17 a 21 de setembro -**

*- Resumo Expandido -*

Ureia Heringer	45,0	45,1	45,8	0,9	3,3	3,2	5,5
Nitro Gold	37,0	37,0	40,0	-0,6	39,1	4,3	9,9
Nitro Mais	44,6	42,1	44,0	-7,1	-1,0	3,2	9,9
Uréia em pó	45,0	43,6	46,1	-13,8	5,4	4,3	9,9
NZN 1	40,5	40,5	40,8	1,2	-3,2	3,2	9,9
NZN 2	38,3	37,8	38,6	-1,6	-1,5	3,2	9,9
NZN 3	36,0	38,8	38,8	3,7	3,0	3,2	9,9
NZN 4	33,8	36,6	36,8	20,7	9,6	3,2	5,5
NZC 1	41,6	41,3	42,8	-0,3	1,1	4,3	9,9
NZC 2	38,3	39,3	39,1	5,2	1,9	3,2	5,5
NZC 3	33,8	33,3	33,3	-1,6	0,7	3,2	5,5
NZC 4	31,5	31,2	32,0	-1,2	3,0	3,2	5,5