



DIGESTOR SIMPLIFY: UMA NOVA ABORDAGEM PARA O PREPARO DE AMOSTRAS USANDO O MÉTODO EPA-3051 PARA A DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES METÁLICOS EM FERTILIZANTES POR ICP OES

Gabriel Gustinelli Arantes de Carvalho⁽¹⁾; Pedro Vitoriano de Oliveira⁽²⁾

⁽¹⁾Vert Chemicals, São Paulo, SP; ⁽²⁾Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP.

INTRODUÇÃO

O procedimento de EPA 3051A tem sido recomendado pelo Manual de Métodos do MAPA para a extração de metais em fertilizantes de matrizes mineral e organomineral visando à análise por técnicas espectrométricas. Neste método, os analitos são extraídos em meio de HNO_3 (ou misturas com HCl), em frascos fechados, em fornos de micro-ondas, e os resultados refletem às frações que foram lixiviadas, e não aos teores totais.

MATERIAL E MÉTODOS

Materiais de referência certificados – 250 mg

- SRM 695 Trace elements in multi-nutrient fertilizer
- SRM 694 Western Phosphate Rock
- BCR 032 Moroccan Phosphate Rock.

Reagentes

2,25 mL HNO_3 + 0,75 mL HCl

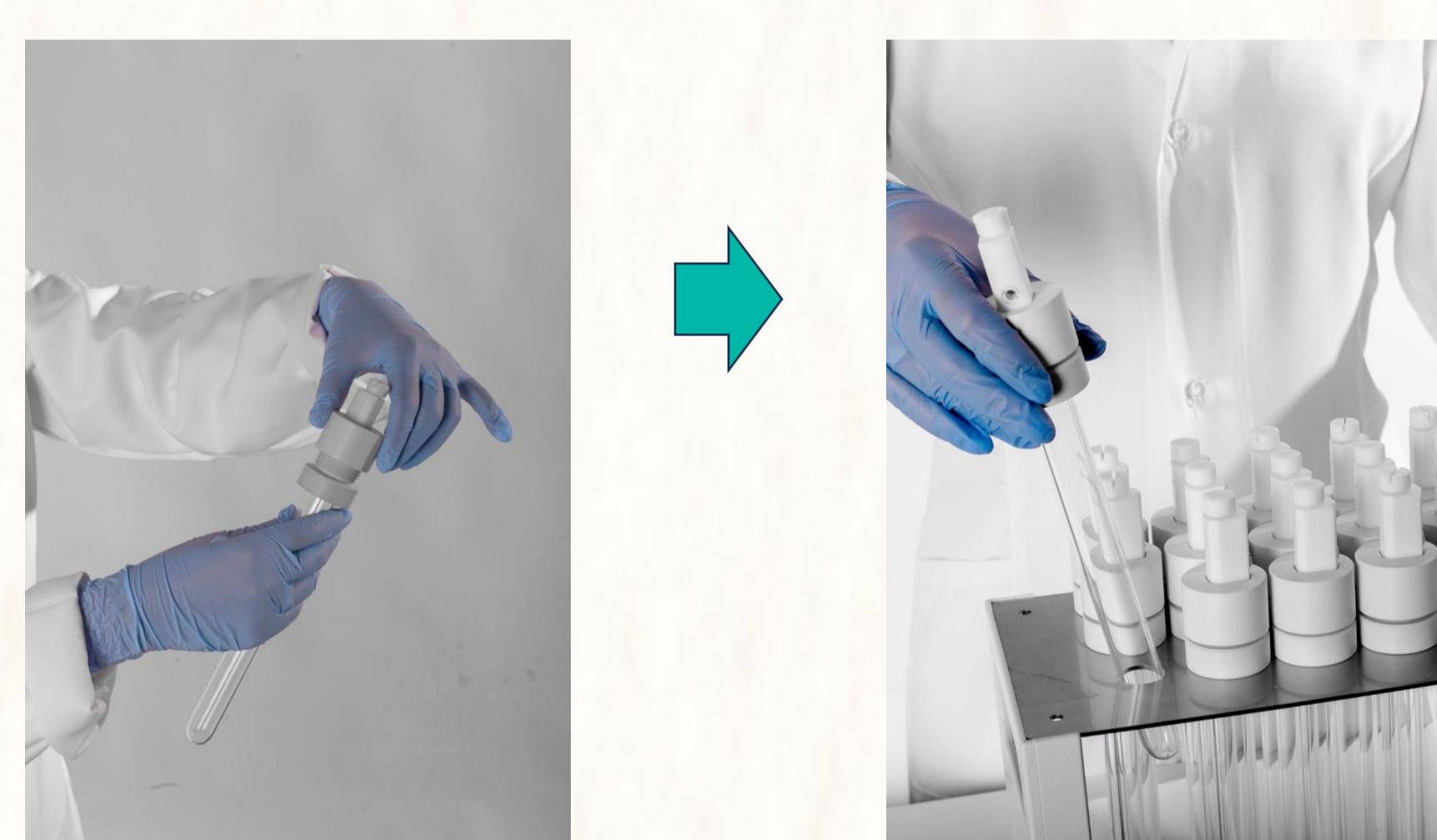
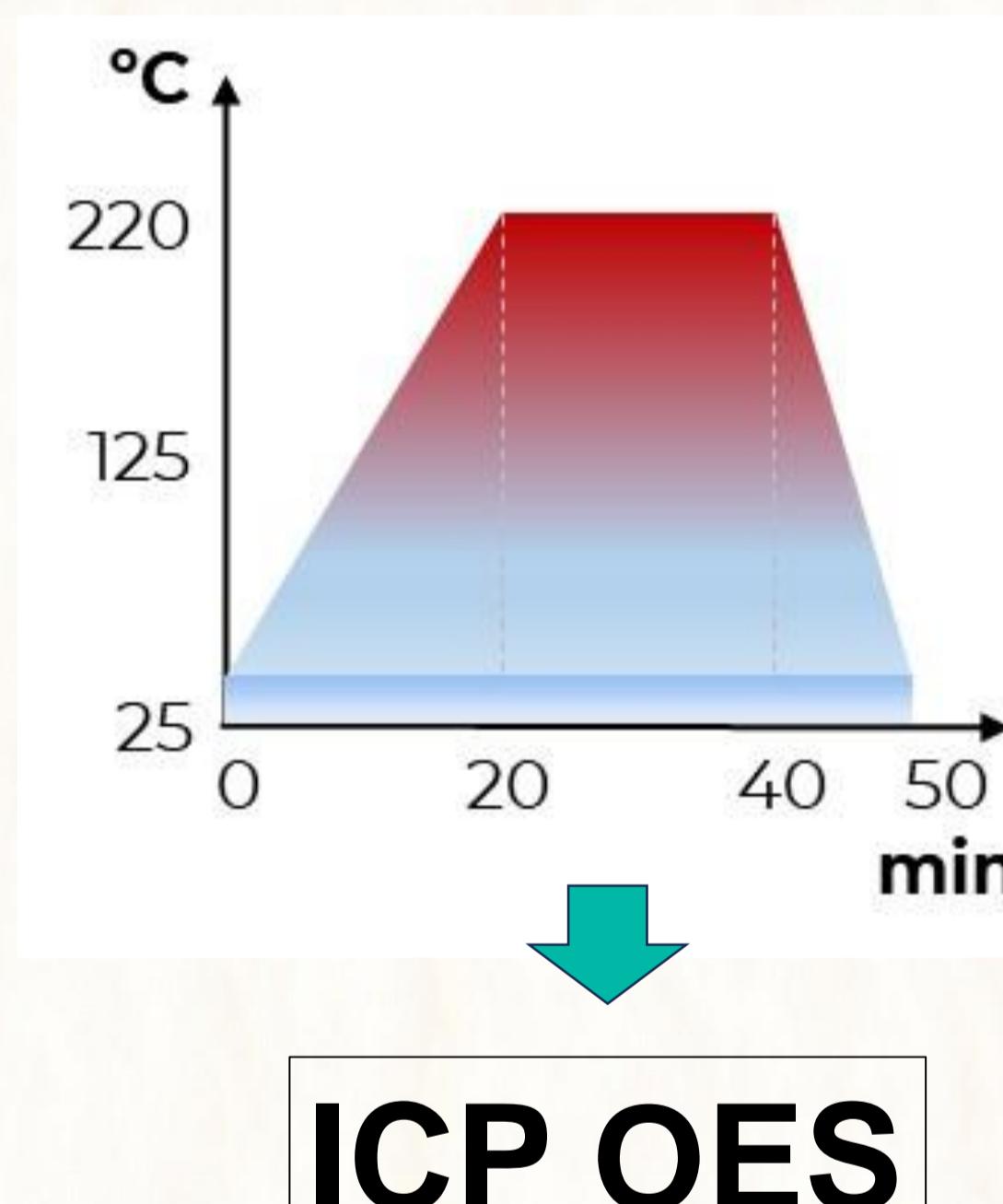


Figura 1. Frascos de digestão e programa de aquecimento.



ICP OES

OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é demonstrar a viabilidade de um sistema de digestão em frascos fechados com aquecimento condutivo (DFFAC) para a execução do método EPA 3051A visando à determinação de contaminantes metálicos em fertilizantes inorgânicos por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES).



Figura 2. Digestor Vert Simplify (São Paulo, SP).

RESULTADOS

Tabela 1. Concentrações (mg kg^{-1}) certificadas e determinadas nos materiais de referência certificados analisados.

		As	Cd	Pb	Cr	Ni
SRM 694	Certificado	-	131 ± 30	-	684^b	-
	Determinado	$12,0 \pm 0,7$	$130 \pm 1,1$	$21,6 \pm 0,1$	684 ± 5	$113 \pm 1,7$
	Recuperação %	-	99,1	-	100,0	-
SRM 695	Certificado	200 ± 5	$16,9 \pm 0,2$	273 ± 17	244 ± 6	135 ± 2
	Determinado	$179 \pm 1,3^c$	$17,5 \pm 0,5$	244 ± 4^c	$250 \pm 2,3$	103 ± 1^c
	Recuperação %	89,6	103,3	89,3	102,3	76,0
BCR 32	Certificado	$9,5 \pm 0,5$	$20,8 \pm 0,7$	-	257 ± 16	$34,6 \pm 1,9$
	Determinado	$9,8 \pm 0,6$	$17,3 \pm 0,2^c$	$16,0 \pm 2,3$	217 ± 3^c	$27,7 \pm 0,1^c$
	Recuperação %	103,6	83,2	-	84,6	80,1
LOQ		6,8	0,8	9,1	4,3	1,9



Figura 3. Fotografia dos digeridos / extratos após o aquecimento.

CONCLUSÕES

Os resultados demonstram que o digestor Simplify (sistema DFFAC) é uma alternativa viável para execução do método EPA 3051A visando à determinação de contaminantes metálicos em fertilizantes

AGRADECIMENTOS

