

MÉTODO DE ANÁLISE DE INJEÇÃO SEQUENCIAL (SIA) PARA DETERMINAÇÃO DE ESPÉCIES DE FÓSFORO EM FERTILIZANTES

Lara Ribeiro Gianini

Vitória Marques Mariano

Jorge Cesar Masini

Instituto de Química - Universidade de São Paulo

lara.ribeiro.gianini@usp.br

Objetivos

Fertilizantes são considerados essenciais para a produção agrícola, porém, o uso indiscriminado causa contaminação dos alimentos, solos e águas. O fósforo, agente contribuidor para a eutrofização de corpos d'água, pode ser determinado pelo método do azul de molibdênio^[1], que consiste na reação de fosfato com molibdato de amônio em meio ácido, produzindo um heteropoliácido amarelo, reduzido ao azul de molibdênio e medido por espectrofotometria^[2]. Os métodos oficiais do Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA) ainda são em batelada ou por análise gravimétrica^[3], gerando uma quantidade significativa de resíduos e mais demoradas quando comparadas a análises em fluxo^[2, 4]. Nesse projeto, busca-se estudar a determinação conjunta de fosfito e fosfato, utilizando o método automatizado de análise por injeção sequencial (SIA), oxidando o fosfito a fosfato com permanganato de potássio.

Métodos e Procedimentos

Utilizando-se de um sistema SIA, configurou-se o sistema a partir de adaptações de método para fosfato para SIA e de método para fosfito para FIA. A configuração tem água deionizada na porta 2, amostra com fósforo na porta 3, Molibdato de amônio 5% (w/v) com ácido oxálico 0,25% em ácido sulfúrico 1 M na porta

4, permanganato de potássio 0,001 M em ácido sulfúrico 1 M na porta 5, ácido ascórbico 1% em água na porta 6. As portas 7 e 8 foram preenchidas com bobinas, sendo a presente na porta 7 uma bobina de reação auxiliar e a outra a bobina de reação conectada à cela de detecção do espectrofotômetro.

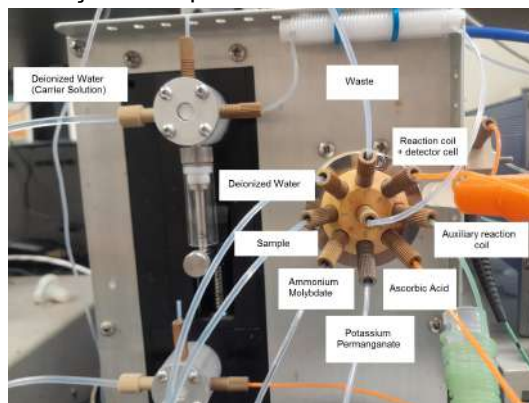


Figura 1: Sistema SIA utilizado para o método.

É feita a lavagem do canal de amostragem com solução transportadora e 200 µl de amostra¹. A amostra e a água deionizada (para fosfato) ou permanganato de potássio (para fósforo total) são aspirados em sucessão, formando um “sanduíche”, e enviados para a bobina auxiliar. A seção inicial de solução da bobina auxiliar é descartada. Em sequência, é aspirado 200 µl da solução de molibdato de amônio, 100 µl de solução presente na bobina auxiliar e 200 µl de

solução de ácido ascórbico, em vazão de 100 µl por segundo, e enviado para a porta 8, para sobreposição de reagentes na bobina de reação e leitura no espectrofotômetro. Para a curva de calibração, utilizou-se fosfato de 3 mg/L a 8 mg/L, e fosfito de 500 mg/L a 2000 mg/L.

Resultados

Foram lidas as soluções da curva de calibração na presença e ausência de permanganato, encontrada interferência para fosfato na presença de permanganato e construídas três curvas de calibração a partir dos gráficos.

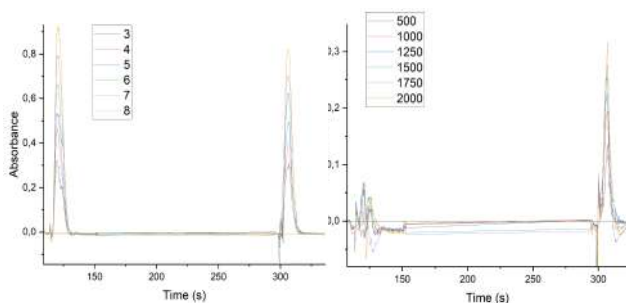


Figura 2: Análise de fosfato(à esquerda) e fosfito (à direita) na presença e ausência de permanganato.

Assim, foram medidas soluções de concentrações aleatórias, em que mediu-se a quantidade de fosfato, ajustou-se para fosfato na presença de permanganato utilizando as curvas de calibração e calculou-se por subtração a quantidade de fosfito. Também foram testadas soluções de fertilizantes, análise que ainda está em andamento, mas que obteve resultados satisfatórios de adição e recuperação do analito.

Tabela 1. Valores obtidos de soluções com concentrações aleatórias contendo fosfato (Pi) e fosfito (Phi); S=amostra; EV =Valor esperado; AV = média; SD = desvio padrão.

S	EV (Pi)	AV (Pi)	SD (Pi)	EV (Phi)	AV (Phi)	SD (Phi)
1	10	12	1,7	1871	1830	181
2	13,5	16	0,5	620	771	92
3	9,5	11	1	1259	1335	108
4	16	16	1,2	1020	1194	154

Tabela 2. Amostras de fertilizantes e valores encontrados de recuperação.

	Rec. Pi	Rec. Phi
1,91% - Pi	108%	108%
1,91% - Phi	107%	94%
1,71% - Pi	110%	109%
1,71% Phi	142%	60%

Conclusões

A análise de fosfito ainda está pouco sensível, e estão sendo testadas opções de otimização para ter resultados mais sensíveis e uma melhora nas análises conjuntas; É necessário realizar mais leituras de fósforo em fertilizantes para observar o comportamento na matriz de interesse. Os autores declaram não haver conflito de interesses.

Referências

- [1] C.X. Galhardo, J.C. Masini, Spectrophotometric determination of phosphate and silicate by sequential injection using molybdenum blue chemistry, *Anal. Chim. Acta.* 417 (2000) 191–200. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)00933-8](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)00933-8)
- [2] P.R. Dametto, V.P. Franzini, J.A.G. Neto, Phosphite determination in fertilizers after online sequential sample preparation in a flow injection system, *J. Agric. Food Chem.* 55 (2007) 5980–5983. <https://doi.org/10.1021/jf0707435>.
- [3] Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos / Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. – Brasília : MAPA, 2017.
- [4] T. Gübeli, G.D. Christian, J. Ruzicka, Fundamentals of Sinusoidal Flow Sequential Injection Spectrophotometry, *Anal. Chem.* 63 (1991) 2407–2413. <https://doi.org/10.1021/ac00021a005>.