

foram coletadas e preparadas conforme item 3.3.1.

3.3.6.2. Escolha do extrator para boro disponível

Investigaram-se extratores como HCl 0,05 N, CaCl₂ 0,1% e água quente (Ritas & Melida, 1978; Favero, 1993; e Bataglia & Raij, 1990). Optou-se pela extração com água quente por ser esta considerada o extrator universal para determinação de boro disponível no solo (Bataglia & Raij, 1990; Corá, 1991). Pesaram-se 2 g da amostra que foram dispersas em 20 mL de água destilada/desionizada. Colocou-se em copo de teflon de capacidade 50 mL, com tampa rosqueada e levou-se ao forno microondas convencional, Panasonic modelo NM7809B, por trinta segundos, potência alta (800W), deixando-se, então, arrefecer e repetindo-se este processo três vezes subsequentemente. As amostras foram preparadas sempre em duplicata. Após a extração, filtrou-se em papel de filtro faixa azul Selecta nº 589³, Ø = 11 cm. Após conveniente aferição em balão volumétrico de polietileno de 50 mL, acondicionou-se em frasco de plástico adequado (polietileno).

Para comprovar a extração do boro com água quente, em forno de microondas, utilizou-se o sistema Berghof de abertura de amostra à pressão, colocando-se 2 g de amostra com 20 mL de água destilada/desionizada em copo de teflon, com aquecimento a 80°C durante uma hora, seguindo-se de filtração e aferição, conforme procedimento anterior usando microondas.

O método da determinação de boro com Azometina-H foi investigado, não sendo possível a detecção do sinal de absorvância para as amostras em estudo.

3.3.6.3. Escolha do extrator para determinação de boro total

Para determinar boro total em amostras de fertilizante orgânico investigaram-se extratores como ácido fosfórico 85% (H₃PO₄) e hidróxido de

bário $\text{Ba}(\text{OH})_2$ (Bock, 1979) .

O ácido fosfórico é recomendado por Jackson (1976). Ele afirmou que para extração do boro contido em colóides e precipitados, excluindo o que se encontra associado à turmalina e a outros silicatos resistentes, deve-se empregar ácido fosfórico.

Depois de usar H_3PO_4 8 M para determinação de boro disponível, optou-se por extrair boro total da amostra de fertilizante com H_3PO_4 85%. Em copo de teflon capacidade para 50 mL, colocou-se 1,0 g de fertilizante orgânico, 10 mL de H_3PO_4 85%, fechou-se com tampa rosqueada e levou-se ao microondas convencional (descrição item 3.3.6.2.) por 30 s, potência alta. Deixou-se arrefecer e repetiu-se por mais duas vezes consecutivas. O sistema Berghof de abertura de amostras à pressão também foi utilizado para aquecer a mesma quantidade de amostra com 10 mL de H_3PO_4 85%, durante uma hora de aquecimento a 130°C e extrair boro total do fertilizante orgânico. Depois de arrefecer os extratos dos dois sistemas de aquecimento, filtrou-se e diluiu-se a 100 mL cada um com água destilada/desionizada para posterior complexação do boro total.

A solução saturada de hidróxido de bário como extrator total de boro também foi investigada para amostra de fertilizante, já que a literatura aconselha este para extrair boro total em amostras de planta (Bock, 1979). Usou-se 3 g de fertilizante orgânico em cadinho de platina, misturados com 10 mL da solução saturada de hidróxido de bário. Procedeu-se a um aquecimento durante 5 horas a 500°C em mufla. Deixou-se arrefecer e tratou-se com 10 mL de HCl concentrado supra puro, filtrou-se e diluiu-se a 100 mL para posterior complexação do boro total.

3.3.7. Determinação da concentração de boro disponível

Pipetaram-se 5 mL do extrato filtrado para frasco de polietileno com

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. MOLIBDÊNIO

4.1.1. Determinação da concentração de molibdênio disponível

Seguindo-se as condições experimentais descritas por MORSCH, (1991), observou-se que o ácido nítrico (HNO_3) com pirólise à temperatura de 1650°C , atomização à temperatura de 2650°C , e solução de paládio/magnésio ($\text{Pd } 1000 \mu\text{g.mL}^{-1} + \text{Mg } 1000 \mu\text{.mL}^{-1}$, em meio nítrico 0,46%) como modificador químico, não foram condições satisfatórias para a determinação de molibdênio disponível nas amostras de solo, fertilizante orgânico e lodo residual, através da técnica EAA-FG. A solução HNO_3 1:1 e o sistema Berghof de abertura de amostra à pressão também foram testados e, no entanto, conforme recomendado por Baucells et al. (1985), o acetato de amônio 1 M mostrou-se mais adequado para extração e determinação de molibdênio disponível. No que diz respeito às temperaturas de pirólise e de atomização, as condições experimentais revelaram melhores resultados analíticos quando utilizaram-se, respectivamente, 1800 e 2650°C .

Através das curvas de pirólise e atomização da figura 9, pode-se observar que a temperatura ideal de pirólise (sem perda do sinal analítico) é de, no máximo 1800°C , enquanto que a temperatura de atomização escolhida foi de 2650°C . Apesar de se ter observado um crescente sinal analítico, não foi possível utilizar temperatura de atomização mais elevada devido a limitações do próprio instrumento ($t_{\text{max}} = 2650^\circ\text{C}$).

As curvas de pirólise e de atomização obtidas para o molibdênio em acetato de amônio 1 M estão representadas na Figura 9.

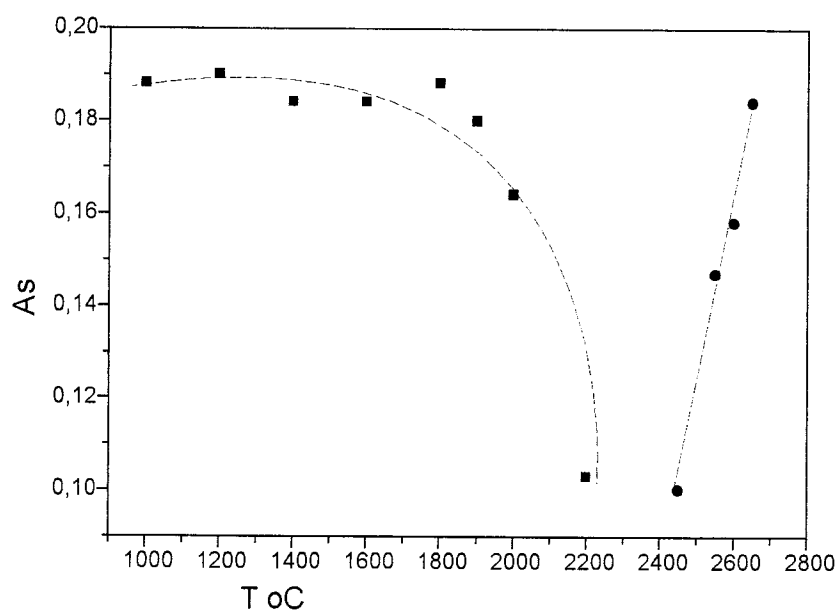


Figura 9. Curva de pirólise e atomização para molibdênio em acetato de amônio 1 M.

A figura 10 mostra o sinal de absorvância obtido a partir de 50 ng de molibdênio em acetato de amônio 1 M.

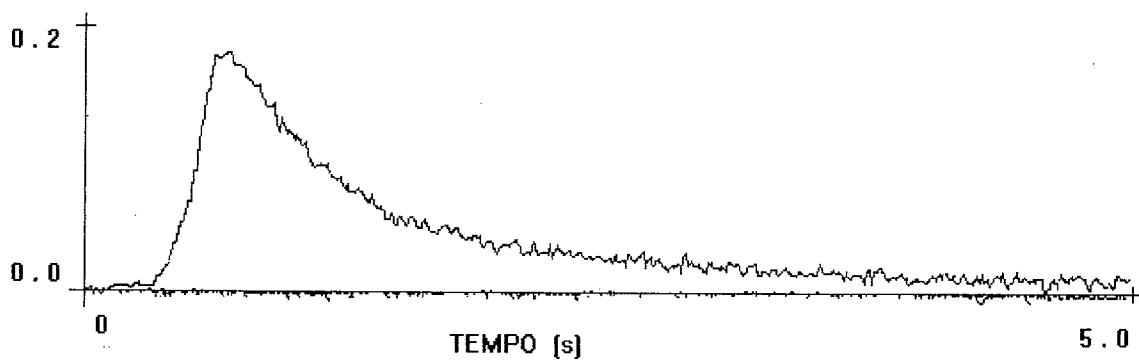


Figura 10. Sinal de Absorvância de solução referência 50 ng de molibdênio em acetato de amônio 1 M.

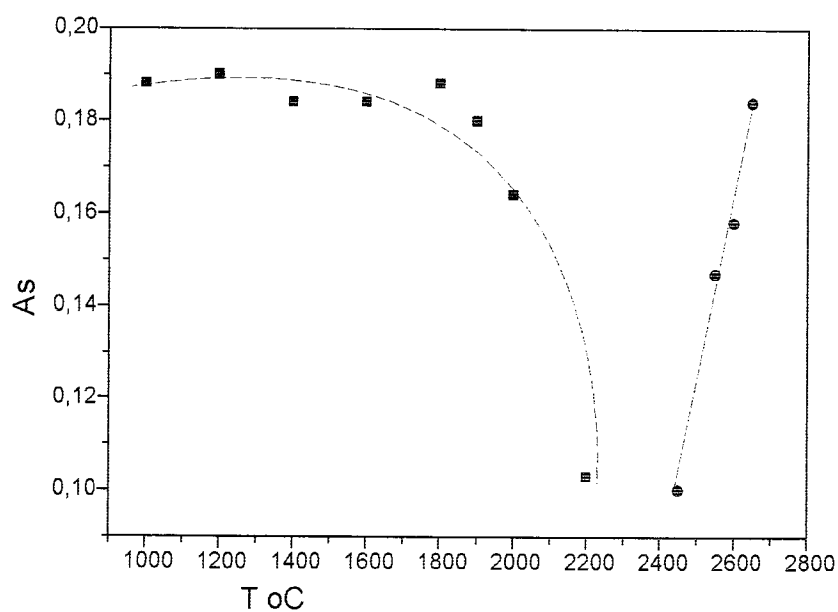


Figura 9. Curva de pirólise e atomização para molibdênio em acetato de amônio 1 M.

A figura 10 mostra o sinal de absorvância obtido a partir de 50 ng de molibdênio em acetato de amônio 1 M.

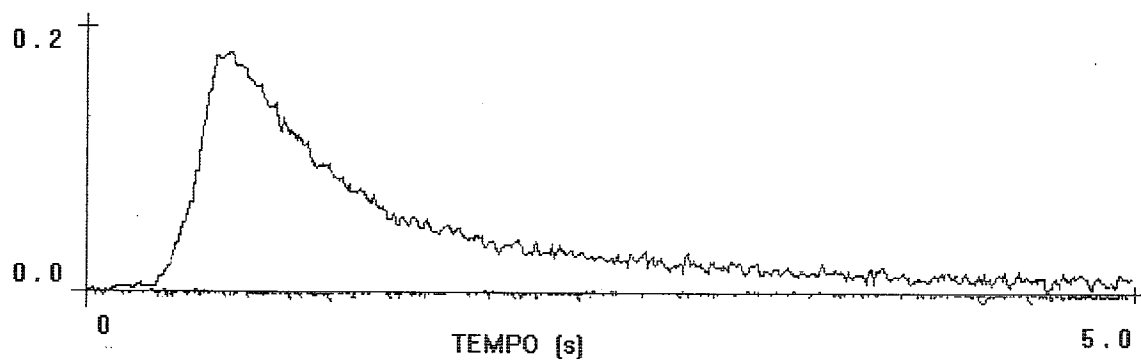


Figura 10. Sinal de Absorvância de solução referência 50 ng de molibdênio em acetato de amônio 1 M.