



# A produção do Conhecimento nas Ciências Agrárias e Ambientais 2

Alan Mario Zuffo  
(Organizador)

 **Atena**  
Editora

Ano 2019

**Alan Mario Zuffo**  
(Organizador)

**A produção do Conhecimento nas Ciências  
Agrárias e Ambientais  
2**

Atena Editora  
2019

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Lorena Prestes e Geraldo Alves

Revisão: Os autores

#### Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas  
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília  
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa  
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná  
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista  
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia  
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria  
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia  
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice  
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense  
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins  
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte  
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão  
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará  
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista  
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará  
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas  
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande  
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

P964 A produção do conhecimento nas ciências agrárias e ambientais 2  
[recurso eletrônico] / Organizador Alan Mario Zuffo. – Ponta  
Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (A Produção do  
Conhecimento nas Ciências Agrárias e Ambientais; v. 2)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-7247-285-2

DOI 10.22533/at.ed.852192604

1. Agronomia – Pesquisa – Brasil. 2. Meio ambiente – Pesquisa –  
Brasil. I. Zuffo, Alan Mario. II. Série.

CDD 630

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de  
responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos  
autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

[www.atenaeditora.com.br](http://www.atenaeditora.com.br)

## APRESENTAÇÃO

A obra “A produção do Conhecimento nas Ciências Agrárias e Ambientais” aborda uma série de livros de publicação da Atena Editora, em seu II volume, apresenta, em seus 28 capítulos, com conhecimentos científicos nas áreas agrárias e ambientais.

Os conhecimentos nas ciências estão em constante avanços. E, as áreas das ciências agrárias e ambientais são importantes para garantir a produtividade das culturas de forma sustentável. O desenvolvimento econômico sustentável é conseguido por meio de novos conhecimentos tecnológicos. Esses campos de conhecimento são importantes no âmbito das pesquisas científicas atuais, gerando uma crescente demanda por profissionais atuantes nessas áreas.

Para alimentar as futuras gerações são necessários que aumente a quantidade da produção de alimentos, bem como a intensificação sustentável da produção de acordo como o uso mais eficiente dos recursos existentes na biodiversidade.

Este volume dedicado às áreas de conhecimento nas ciências agrárias e ambientais. As transformações tecnológicas dessas áreas são possíveis devido o aprimoramento constante, com base na produção de novos conhecimentos científicos.

Aos autores dos diversos capítulos, pela dedicação e esforços sem limites, que viabilizaram esta obra que retrata os recentes avanços científicos e tecnológicos, os agradecimentos do Organizador e da Atena Editora.

Por fim, esperamos que este livro possa colaborar e instigar mais estudantes, pesquisadores e entusiastas na constante busca de novas tecnologias para as ciências agrárias e ambientais, assim, garantir perspectivas de solução para a produção de alimentos para as futuras gerações de forma sustentável.

Alan Mario Zuffo

## SUMÁRIO

### CAPÍTULO 1 ..... 1

#### CARACTERIZAÇÃO MORFOAGRONÔMICA DE FEIJÃO-FAVA NAS CONDIÇÕES DO SEMIÁRIDO NORDESTINO

*José Tiago Barroso Chagas*  
*Richardson Sales Rocha*  
*Alexandre Gomes de Souza*  
*Helenilson de Oliveira Francelino*  
*Tâmara Rebecca Albuquerque de Oliveira*  
*Rafael Nunes de Almeida*  
*Derivaldo Pureza da Cruz*  
*Camila Queiroz da Silva Sanfim de Sant'anna*  
*Mario Euclides Pechara da Costa Jaeggi*  
*Maxwell Rodrigues Nascimento*  
*Paulo Ricardo dos Santos*  
*Marcelo Vivas*  
*Silvério de Paiva Freitas Júnior*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926041**

### CAPÍTULO 2 ..... 9

#### CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE BIOLÓGICA DA FRAMBOESA (*RUBUS IDAEUS L.*). CONTRIBUIÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DE UMA ALEGAÇÃO DE SAÚDE

*Madalena Bettencourt da Câmara João*  
*Pedro Borges Ferreira Ana Varela*  
*Coelho*  
*Rui Feliciano*  
*Andreia Bento da Silva*  
*Elsa Mecha*  
*Maria do Rosário Bronze*  
*Rosa Direito*  
*João Pedro Fidalgo Rocha*  
*Bruno Sepodes*  
*Maria Eduardo Figueira*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926042**

### CAPÍTULO 3 ..... 22

#### COMPARAÇÃO DE CULTIVARES DE ARROZ SUBMETIDOS A INFLUÊNCIA DO ÁCIDO ACÉTICO

*Luiz Augusto Salles Das Neves*  
*Raquel Stefanello*  
*Kelen Haygert Lencina*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926043**

### CAPÍTULO 4 ..... 27

#### COMPARAÇÃO DE DESEMPENHO DE FRANGOS DE CORTE COM BASE EM SEIS ÍNDICES ZOOTÉCNICOS NAS QUATRO ESTAÇÕES DO ANO

*Miliano De Bastiani*  
*Carla Adriana Pizarro Schmidt*  
*Glória Patrica López Sepulveda*  
*José Airton Azevedo dos Santos*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926044**

**CAPÍTULO 5 ..... 33**

COMPARAÇÃO ENTRE OS PRINCIPAIS MÉTODOS DE DIGESTÃO PARA A DETERMINAÇÃO DE METAIS PESADOS EM SOLOS E PLANTAS

*Júlio César Ribeiro*  
*Everaldo Zonta*  
*Nelson Moura Brasil do Amaral Sobrinho*  
*Fabiana Soares dos Santos*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926045**

**CAPÍTULO 6 ..... 48**

COMPARATIVO NA APLICAÇÃO DE ADUBO MINERAL E ORGANOMINERAL NA CULTURA DA ALFACE AMERICANA

*Maria Juliana Mossmann*  
*Emmanuel Zullo Godinho*  
*Laércio José Mossmann*  
*Bruna Amanda Mazzuco*  
*Vanessa Conejo Matter*  
*Fernando de Lima Caneppele*  
*Luís Fernando Soares Zuin*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926046**

**CAPÍTULO 7 ..... 57**

COMPORTAMENTO DE ESTACAS DE *ALLAMANDA CATHARTICA* L. TRATADAS COM ÁCIDO INDOLBUTÍRICO (AIB)

*Tadeu Augusto van Tol de Castro*  
*Rafael Gomes da Mota Gonçalves*  
*Igor Prata Terra de Rezende*  
*Lethicia de Souza Grechi da Silva*  
*Rafaela Silva Correa*  
*Carlos Alberto Bucher*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926047**

**CAPÍTULO 8 ..... 66**

COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE ANTIFÚNGICA *IN VITRO* DO ÓLEO ESSENCIAL DAS FOLHAS DE *Hypts suaveolens*

*Wendel Cruvinel de Sousa*  
*Adiel Fernandes Martins Dias*  
*Josemar Gonçalves Oliveira Filho*  
*Flávia Fernanda Alves da Silva*  
*Cassia Cristina Fernandes Alves*  
*Cristiane de Melo Cazal*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926048**

**CAPÍTULO 9 ..... 71**

COMUNIDADE DE COLEOPTEROS ASSOCIADA A SOLOS HIDROMÓRFICOS

*Jéssica Camile da Silva*  
*Dinéia Tessaro*  
*Ketrin Lohrayne Kubiak*  
*Luis Felipe Wille Zarzycki*  
*Bruno Mikael Bondezan Pinto*  
*Elisandra Pcojeski*

**DOI 10.22533/at.ed.8521926049**

**CAPÍTULO 10 ..... 83**

CONTAMINAÇÃO DO SOLO E PLANTAS POR METAIS PESADOS ASSOCIADOS À ADUBAÇÃO ORGÂNICA

*Júlio César Ribeiro*  
*Everaldo Zonta*  
*Nelson Moura Brasil do Amaral Sobrinho*  
*Adriano Portz*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260410**

**CAPÍTULO 11 ..... 98**

CORRELAÇÃO ENTRE O VESS E OS ATRIBUTOS FÍSICOS DO SOLO E A MATÉRIA ORGÂNICA EM UMA TRANSEÇÃO NA SUB-BACIA MICAELA – RS

*Thais Palumbo Silva*  
*Gabriel Luís Schroeder*  
*Mateus Fonseca Rodrigues*  
*Cláudia Liane Rodrigues de Lima*  
*Maria Cândida Moitinho Nunes*  
*Mayara Torres Mendonça*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260411**

**CAPÍTULO 12 ..... 106**

DADOS LIDAR AEROTRANSPORTADO NA PREDIÇÃO DO VOLUME EM UM POVOAMENTO DE *Eucalyptus* sp

*Daniel Dantas*  
*Luiz Otávio Rodrigues Pinto*  
*Ana Carolina da Silva Cardoso Araújo*  
*Rafael Menali Oliveira*  
*Natalino Calegario*  
*Marcio Leles Romarco de Oliveira*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260412**

**CAPÍTULO 13 ..... 116**

DECOMPOSIÇÃO DA TORTA DE FILTRO TRATADA COM ACELERADORES BIOLÓGICOS

*Pedro Henrique De Souza Rangel*  
*Mariana Magesto De Negreiros*  
*Guilherme Mendes Pio De Oliveira*  
*Robinson Osipe*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260413**

**CAPÍTULO 14 ..... 121**

DESEMPENHO E PRODUÇÃO DE OVOS DE GALINHAS POEDEIRAS CRIADAS EM SISTEMA DE BASE AGROECOLÓGICA

*Marize Bastos de Matos*  
*Michele de Oliveira Mendonça*  
*Kíssila França Lima*  
*Iago da Silva de Oliveira e Souza*  
*Wanderson Souza Rabello*  
*Fernanda Gomes Linhares*  
*Henri Cócaro*  
*Karoll Andrea Alfonso Torres-Cordido*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260414**

**CAPÍTULO 15 ..... 126**

DESEMPENHO PRODUTIVO DA CULTURA DO MILHO ADUBADO COM DOSES DE CAMA DE AVIÁRIO

*Alfredo José Alves Neto*  
*Leonardo Deliberaes*  
*Álvaro Guilherme Alves*  
*Leandro Rampim*  
*Jéssica Caroline Coppo*  
*Eloísa Lorenzetti*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260415**

**CAPÍTULO 16 ..... 143**

DESENVOLVIMENTO DE BETERRABA SUBMETIDA A NÍVEIS DE ÁGUA NO SOLO

*Guilherme Mendes Pio De Oliveira*  
*Mariana Magesto De Negreiros*  
*Pedro Henrique De Souza Rangel*  
*Stella Mendes Pio De Oliveira*  
*Hatiro Tashima*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260416**

**CAPÍTULO 17 ..... 148**

DESENVOLVIMENTO DE MUDAS DE CACAUEIRO GENÓTIPO COMUM BAHIA PRODUZIDOS NO OUTONO SOB DIFERENTES LÂMINAS DE IRRIGAÇÃO

*Robson Prucoli Posse*  
*Stefany Sampaio Silveira*  
*Sophia Machado Ferreira*  
*Francielly Valani*  
*Rafael Jaske*  
*Camilla Aparecida Corrêa Miranda*  
*Inês de Moura Trindade*  
*Sabrina Gobbi Scaldaferrro*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260417**

**CAPÍTULO 18 ..... 157**

DESENVOLVIMENTO DE UM MICROPULVERIZADOR AUTOPROPELIDO PARA APLICAÇÃO EM ENTRELINHAS ESTREITAS

*Francisco Faggion*  
*Natália Patrícia Santos Nascimento Benevides*  
*Tiago Pereira Da Silva Correia*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260418**

**CAPÍTULO 19 ..... 163**

DESENVOLVIMENTO DE UMA BEBIDA DE AMENDOIM

*Gerônimo Goulart Reyes Barbosa*  
*Rosane da Silva Rodrigues*  
*Mirian Ribeiro Galvão Machado*  
*Josiane Freitas Chim*  
*Liane Slawski Soares*  
*Thauana Heberle*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260419**

**CAPÍTULO 20 ..... 173**

**DESENVOLVIMENTO INICIAL DE MUDAS DE IPÊ-ROXO EM DIFERENTES SUBSTRATOS**

*Jeniffer Narcisa-Oliveira*  
*Renata do Nascimento Santos*  
*Beatriz Santos Machado*  
*Juliane Gonçalves da Silva*  
*Raíra Andrade Pelvine*  
*Rudiel Machado da Silva*  
*Nathalia Pereira Ribeiro*  
*Lorene Tiburtino-Silva*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260420**

**CAPÍTULO 21 ..... 181**

**DESENVOLVIMENTO INICIAL DE PLÂNTULAS DE DIFERENTES VARIEDADES DE FEIJÃO INOCULADAS COM AZOSPIRILLUM BRASILENSE**

*Juliana Yuriko Habitzreuter Fujimoto*  
*Vanessa de Oliveira Faria*  
*Caroline Maria Maffini*  
*Bruna Caroline Schons*  
*Gabriele Larissa Hoelscher*  
*Bruna Thaina Bartzen*  
*Eloisa Lorenzetti*  
*Olivia Diulen Costa Brito*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260421**

**CAPÍTULO 22 ..... 187**

**DETERMINAÇÃO DA CURVA DE UMIDADE DO GRÃO DE MILHO POR MEDIDA DE CAPACITÂNCIA**

*Jorge Gonçalves Lopes Júnior*  
*Letícia Thália da Silva Machado*  
*Daiana Raniele Barbosa Silva*  
*Edinei Canuto Paiva*  
*Wagner da Cunha Siqueira*  
*Selma Alves Abrahão*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260422**

**CAPÍTULO 23 ..... 193**

**DETERMINAÇÃO DA FOLHA MAIS ADEQUADA PARA A AVALIAÇÃO DO NITROGÊNIO NA PLANTA DE ARROZ**

*Juliana Brito da Silva Teixeira*  
*Letícia Ramon de Medeiros*  
*Luis Osmar Braga Schuch*  
*Ariano Martins de Magalhaes Júnior*  
*Ledemar Carlos Vahl*  
*Matheus Walcholz Thiel*  
*Larissa Soria Milanesi*

**DOI 10.22533/at.ed.85219260423**

<b>CAPÍTULO 24</b> .....	<b>199</b>
DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE GRÃOS DE GIRASSOL BRS G57	
<i>Dhenny Costa da Mota</i>	
<i>Bruna Cecília Gonçalves</i>	
<i>Dhemerson da Silva Gonçalves</i>	
<i>Selma Alves Abrahão</i>	
<i>Wagner da Cunha Siqueira</i>	
<i>Antonio Fabio Silva Santos</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.85219260424</b>	
<b>CAPÍTULO 25</b> .....	<b>205</b>
DETERMINAÇÃO DE ALGUMAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE GRÃOS DE QUINOA E AMARANTO EM FUNÇÃO DO TEOR DE ÁGUA	
<i>Natasha Ohanny da Costa Monteiro</i>	
<i>Fabiana Carmanini Ribeiro</i>	
<i>Gervásio Fernando Alves Rios</i>	
<i>João Batista Soares</i>	
<i>Samuel Martin</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.85219260425</b>	
<b>CAPÍTULO 26</b> .....	<b>217</b>
DETERMINAÇÃO DE ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO ARAÇÁ VERMELHO ( <i>Psidium cattleianum</i> L.)	
<i>Elisa dos Santos Pereira</i>	
<i>Taiane Mota Camargo</i>	
<i>Marjana Radünz</i>	
<i>Jardel Araujo Ribeiro</i>	
<i>Pâmela Inchauspe Corrêa Alves</i>	
<i>Marcia Vizzotto</i>	
<i>Eliezer Avila Gandra</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.85219260426</b>	
<b>CAPÍTULO 27</b> .....	<b>227</b>
DIGESTIBILIDADE <i>IN VITRO</i> DE SILAGEM DE BAGAÇO DE SORGO SACARINO	
<i>Lucas Candiotto</i>	
<i>Angélica Caroline Zatta</i>	
<i>Cleiton Rafael Zanella</i>	
<i>Felipe Candiotto</i>	
<i>Jessica Maiara Nemirscki</i>	
<i>Angela Carolina Boaretto</i>	
<i>Rui Alberto Picolotto Junior</i>	
<i>Luryan Tairini Kagimura</i>	
<i>Ricardo Beffart Aiolfi</i>	
<i>Wilson Henrique Tatto</i>	
<i>Bruno Alcides Hammes Schumalz</i>	
<i>Márcia Mensor</i>	
<i>Anderson Camargo de Lima</i>	
<i>André Brugnara Soares</i>	
<i>Edison Antonio Pin</i>	
<i>Jean Carlo Possenti</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.85219260427</b>	

<b>CAPÍTULO 28</b> .....	<b>233</b>
DISTRIBUIÇÃO ESPACIAL DAS ESPÉCIES DE MOLUSCOS LÍMNICOS DO RIO PINTADO, BACIA HIDROGRÁFICA DO IGUAÇU	
<i>Alcemar Rodrigues Martello</i>	
<i>Mateus Maurer</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.85219260428</b>	
<b>SOBRE O ORGANIZADOR</b> .....	<b>241</b>

## COMPARAÇÃO ENTRE OS PRINCIPAIS MÉTODOS DE DIGESTÃO PARA A DETERMINAÇÃO DE METAIS PESADOS EM SOLOS E PLANTAS

### Júlio César Ribeiro

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), Departamento de Solos, Seropédica - RJ

### Everaldo Zonta

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), Departamento de Solos, Seropédica - RJ

### Nelson Moura Brasil do Amaral Sobrinho

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), Departamento de Solos, Seropédica - RJ

### Fabiana Soares dos Santos

Universidade Federal Fluminense (UFF), Departamento de Engenharia de Agronegócios, Campus Volta Redonda - RJ

**RESUMO:** Diversas metodologias analíticas têm sido desenvolvidas nas últimas décadas visando promover a determinação de metais pesados em plantas e no solo. Objetivou-se neste trabalho através de uma revisão de literatura comparar os principais métodos de digestão para a determinação de metais pesados em solos e plantas. Os métodos mais comuns para a abertura de amostras têm utilizado combinações de diferentes ácidos inorgânicos a temperaturas elevadas por meio de sistemas abertos em blocos digestores (ISO 11466; USEPA 3050; USEPA 3050B; Nitroperclórica e Sulfúrica) ou por meio de

métodos de digestão em sistema fechado sob pressão em fornos microondas (ISO 12914; USEPA 3051; USEPA 3051A; USEPA 3052). Não existe unanimidade em relação ao uso de soluções extratoras e ao tipo de abertura de amostras mais adequados para determinação de metais pesados em solos e plantas, devendo a escolha do método a ser utilizado, levar em consideração as condições específicas de cada material, como seu tipo e origem. A abertura de amostras nos quais envolvam métodos com misturas ácidas menos agressivas, assim como sistemas fechados devem ser preferidos, em função da maior segurança operacional, menor susceptibilidade a contaminação e a perda de elementos voláteis.

**PALAVRAS-CHAVE:** extratores químicos, aberturas de amostras, digestão total, digestão pseudototal.

**ABSTRACT:** Several analytical methodologies have been developed in recent decades aiming to promote the determination of heavy metals in plants and soil. The objective of this work was to compare the main digestion methods for the determination of heavy metals in soils and plants. The most common methods for the opening of samples have used combinations of different inorganic acids at elevated temperatures by means of open systems in digestion blocks (ISO 11466; USEPA 3050; USEPA 3050B;

Nitroperchloric and Sulfuric) or by digestion methods in system under pressure in microwave ovens (ISO 12914; USEPA 3051; USEPA 3051A; USEPA 3052). There is no unanimity regarding the use of extractive solutions and the type of opening of samples more suitable for the determination of heavy metals in soils and plants, and the choice of method to be used must take into account the specific conditions of each material, such as type and origin. The opening of samples involving methods with less aggressive acidic mixtures as well as closed systems should be preferred due to the higher operational safety, less susceptibility to contamination and loss of volatile elements.

**KEYWORDS:** chemical extractors, sample openings, total digestion, pseudototal digestion.

## 1 | INTRODUÇÃO

O conhecimento do comportamento adsorptivo de nutrientes e metais nos solos é de extrema relevância em diversos tipos de estudos ambientais, em consequência dos efeitos desfavoráveis relacionados à habilidade dos substratos na adsorção desses elementos.

O termo “metal pesado” é geralmente empregado para identificar um grupo de elementos químicos, inorgânicos, com número atômico maior que vinte e/ou densidade atômica maior que  $6\text{g cm}^{-3}$ . Esse termo abrange não somente metais, mas também os semi-metais e ametais como o selênio, porém há uma grande controvérsia na comunidade científica a respeito, sendo em muitas vezes utilizados os termos “metal-traço” ou “elemento-traço” como sinônimo. Entretanto, não são apropriados, visto que na química analítica quantitativa, o termo “traço” caracteriza concentrações ou teores não detectáveis de qualquer elemento pelo método empregado na sua determinação. O termo “metais tóxicos” também pode ser encontrado na literatura em casos envolvendo elementos não essenciais (ALLOWAY, 1995; COSTA et al., 2010).

Os metais pesados normalmente são encontrados em baixas concentrações em ambientes sem antropização, sendo naturalmente provenientes do processo de intemperismo sobre a rocha matriz, como também pela decomposição e mineralização de restos vegetais, animais e de microorganismos (COSTA et al., 2010). O intenso processo de antropização, principalmente em áreas favoráveis a agricultura, tem se destacado pelo grande potencial de contaminação do ecossistema como um todo. A aplicação de diversos agroquímicos no processo produtivo agrícola tornou-se uma prática rotineira, visando à correção da acidez do solo, o suprimento de nutrientes, além da prevenção e controle de pragas e doenças, principalmente em solos de regiões tropicais sujeitos ao intenso processo de lixiviação.

Geralmente os agroquímicos utilizados na produção agrícola possuem impurezas como metais pesados, em decorrência de não serem suficientemente purificados no

processo de manufatura por questões econômicas, podendo levar a contaminação não somente do solo, como também das plantas (AMARAL SOBRINHO et al., 1992; AMARAL SOBRINHO et al., 1997). Áreas industriais, com grande utilização de produtos químicos no processo produtivo, também podem acarretar na produção de resíduos contaminados com metais pesados, os quais se não manejados e dispostos corretamente poderão levar a contaminação de diversos níveis de cadeia trófica. Assim, torna-se fundamental um constante monitoramento do solo e conseqüentemente das plantas de regiões potencialmente com a presença de metais pesados, para que se possa efetuar um manejo adequado. Desta forma, objetivou-se realizar uma revisão de literatura sobre os principais métodos de digestão para a determinação de metais pesados em solos e plantas de modo a promover uma comparação entre os principais métodos, indicando os mais adequados à análise.

## 2 | METODOLOGIA

A metodologia utilizada no presente trabalho foi a revisão de literatura com base em publicações nacionais e internacionais sobre os principais métodos de digestão para a determinação de metais pesados em solos e plantas. Para que se pudesse comparar os diferentes métodos, foram avaliados trabalhos sobre o assunto em questão, que abordavam palavras-chave como: metais pesados, elementos-traço, poluição de solo, contaminação de plantas, métodos extratores, digestão por microondas, extratores químicos, extração ácida, abertura de amostras sólidas, digestão total, digestão pseudototal, índice de recuperação de metais e controle de qualidade de análises químicas.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Segundo Alloway (1995), Sharamel (2000) e Costa et al. (2010), os metais pesados de origem litogênica ou aportados pelas atividades antrópicas ao solo, podem apresentar diferentes formas, dentre elas, as principais são:

- i) Solúveis - na solução do solo encontram-se em formas mais disponíveis, como íons livres, complexos solúveis com ânions inorgânicos, podendo serem facilmente absorvidos pelas plantas e/ou lixiviados no perfil do solo.
- ii) Trocáveis - na fase sólida, os metais estão adsorvidos por forças eletrostáticas em sítios carregados negativamente da matéria orgânica; ou em minerais por meio de complexos de esfera externa. Normalmente ocorre uma troca rápida com a fração presente na solução do solo devido à baixa energia de ligação.
- iii) Adsorvidos especificamente (Quimiossorvidos) - nesse caso, os metais são liberados de forma mais lenta que as formas trocáveis, pois estão adsorvidos

em complexos de esfera interna por meio de ligação covalente a matéria orgânica, óxidos e sítios específicos de filossilicatos.

iv) Ligados a materiais orgânicos insolúveis - os metais encontram-se complexados em materiais orgânicos resistentes à degradação microbiológica.

v) Precipitados - metais podem constituir precipitados com ânions formando carbonatos, fosfatos, sulfatos e hidróxidos, ou ainda serem co-precipitados com elementos pouco solúveis de Ca, Mg, Fe e Al (occlusos).

Em virtude das diferentes formas em que os metais pesados podem assumir no solo, várias metodologias analíticas para remoção e determinação de suas frações têm sido desenvolvidas nas últimas décadas, visando estabelecer associações dos metais com fases específicas.

Os metais presentes no solo e em plantas normalmente são extraídos a partir da abertura das amostras utilizando essencialmente uma solução aquosa composta por algum extrator químico mineral associado a uma fonte constante de aquecimento, e quantificados por meio de espectrofotometria de absorção atômica e/ou espectrofotometria de emissão óptica em plasma induzido (SODRÉ et al., 2004).

Os extratores ácidos mais utilizados na dissolução de amostras de solos e plantas são o ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), ácido clorídrico (HCl), ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ), ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), e ácido fluorídrico (HF), além do peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), considerado forte agente oxidante (ALLOWAY, 1995; TEDESCO et al., 1995; ABREU et al., 2002; SALDANHA et al., 1997).

O teor de metais pesados em solos pode ser determinado por meio de extração sequencial ou seletiva, digestão pseudototal (total recuperável ou digestão parcial), e digestão total, utilizando-se diferentes misturas ácidas no processo de solubilização de elementos no solo. A fração trocável desses elementos no solo proporciona a absorção pelas plantas e pode ser entendida como uma forma mais direta de efeitos prejudiciais ao ambiente. Já o conteúdo total do elemento fornece o conhecimento da sua reserva no solo, o qual não se encontra diretamente em condições de absorção pelas plantas (CAMARGO et al., 2000; TEÓDULO et al., 2003).

O entendimento do comportamento dos elementos no sistema solo-planta é essencial para a definição do método extrator mais eficiente, devido à complexidade dos processos de adsorção envolvidos (GOMES, 1996).

Uma metodologia com técnicas de análises de solo e plantas adequadas envolvem requisitos como baixo custo, reprodutibilidade e facilidade de adaptação dos procedimentos laboratoriais apresentando uma alta correlação entre o teor de metal extraído e o absorvido pela planta (ROCA; POMARES, 1991). Assim cada método de extração deve apresentar um conjunto de reagentes específicos que ataquem a forma na qual o elemento ou metal se encontre.

A distinta capacidade de solubilizar a fração orgânica e mineral de um solo resulta em diferentes teores extraídos, isso devido às particularidades de cada método extrator,

como, por exemplo, as diferentes soluções solubilizadoras, a concentração, tempo de reação, temperatura e relação solo:solução (PELOZATO et al., 2011), parâmetros importantes para determinar o maior ou menor potencial de extração do elemento.

Os metais no solo desde a forma mais lábil até a forma mais oclusa podem ser determinados por métodos de extração total, os quais geralmente utilizam diferentes misturas de ácidos concentrados, como  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  e  $\text{HF}$ . Tais misturas promovem a remoção para a solução dos elementos químicos associados às frações adsorvidas, trocáveis, oxidáveis, reduzidas, as quais correspondem às frações potencialmente lábeis, além da fração residual, associada à estrutura cristalina (silicatada) dos minerais secundários e primários, sendo possível quantificá-las (SHARAMEL, 2000; SASTRE et al., 2002).

Métodos que utilizam  $\text{HClO}_4$  e  $\text{HF}$  são muito eficientes na solubilização da matriz a ser avaliada, porém o uso de  $\text{HF}$  é extremamente perigoso, pois quando em contato com a pele, pode causar queimaduras, requerendo muita segurança em seu manuseio, uso e descarte, além de danificar os instrumentos analíticos; enquanto o  $\text{HClO}_4$  possui grande perigo de explosão devido ao seu elevado poder oxidante (ALLOWAY, 1995).

Os solos tropicais altamente intemperizados, geralmente são pobres em reserva mineral junto à fração silicatada, o que pouco contribui com teores totais de metais pesados. Isso associado ao elevado risco operacional apresentado pelo  $\text{HClO}_4$  e  $\text{HF}$ , torna a utilização desses ácidos inviáveis, de modo que misturas ácidas menos agressivas e eficientes devem ser buscadas (SASTRE et al., 2002; LENARDÃO et al., 2003).

Uma alternativa ao uso de misturas ácidas fluorídricas que conseguem extrair totalmente os metais da matriz, é a utilização de misturas ácidas envolvendo a presença de ácidos fortes como  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ , além de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , reagentes estes que se utilizados de forma conjunta variada promovem remoção parcial dos metais ligados a alguns silicatos não passíveis de troca no solo, recuperando entre 70 a 90% do conteúdo total, razão pela qual esse tipo de mistura é denominada de extração pseudototal (SHARAMEL, 2000; SOUZA et al., 2015).

A comparação das concentrações de metais obtidas por diferentes métodos de extração, permite estimar qual o procedimento mais adequado à análise de determinado metal em cada ambiente (TEÓDULO et al., 2003) em função de sua disponibilidade, mobilidade além de uma possível transferência do solo para a cadeia alimentar (RAURET, 1998).

Os metais extraídos de forma pseudototal auxiliam na avaliação do grau de poluição ambiental, visto que nessa fração os metais encontram-se ligados aos minerais do solo, mostrando-se normalmente indisponíveis as plantas e animais (PEREIRA et al., 2007).

Os métodos mais citados na literatura científica para a abertura de amostras são a digestão nitroperclórica, sulfúrica, a extração com água régia (ISO 11464, ISO 12914), e os métodos preconizados pela USEPA (3050, 3050B, 3051, 3051A e 3052)

(Tabela 1).

Método	Extrator	Sistema
ISO 11466 (1995)	HCl + HNO <sub>3</sub> (3:1)	Aberto
ISO 12914 (2012)	HCl + HNO <sub>3</sub>	Fechado
USEPA 3050 (2008)	HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Aberto
USEPA 3050B (1996)	HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + HCl	Aberto
USEPA 3051 (2007)	HNO <sub>3</sub>	Fechado
USEPA 3051A (2007)	HCl + HNO <sub>3</sub> (1:3)	Fechado
USEPA 3052 (1996)	HF (+ HNO <sub>3</sub> ou HCl ou H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	Fechado
NITROPERCLÓRICA (1995)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub>	Aberto
SULFÚRICA (1995)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + mistura catalisadora	Aberto

**Tabela 1** - Principais métodos de digestão de amostras de solo e plantas para a determinação de metais pesados.

Diversos países desenvolvidos do mundo, especialmente na Europa e nos Estados Unidos vem há anos desenvolvendo pesquisas para conhecer a dinâmica dos contaminantes no solo e assim desenvolver métodos e técnicas para a proteção do mesmo e conseqüentemente proteção da saúde humana. Assim, agências ambientais internacionais tem recomendado a utilização de diferentes métodos analíticos entre si, existindo uma tendência de preferência para métodos de extração de teores pseudototais de metais pesados.

Na comunidade Européia, a solução dissolutora água régia (mistura ácida envolvendo HCl e HNO<sub>3</sub>) é o principal extrator empregado para determinação de metais pesados em solos contaminados (URE, 1990). A Organização Internacional de Normatização - ISO (International Organization for Standardization) apresenta e recomenda alguns principais métodos de extração de metais pesados de solos e materiais similares, como por exemplo, a ISO 11466 (1995) recomenda para a determinação de metais pesados nos solos em sistema aberto sob bloco digestor com a utilização de HCl e HNO<sub>3</sub>; e a ISO 12914 (2012) recomendada para extração e quantificação de metais pesados em solos em sistema fechado sob pressão com utilização de fornos microondas.

Notas postuladas na ISO 11466 (1995) salientam que a solução extratora água régia não dissolve totalmente a matriz dos solos e materiais similares, e a eficiência de extração para elementos particulares difere de elemento para elemento. Essa eficiência também pode diferir para o mesmo elemento em diferentes matrizes. Os elementos extraíveis por este método não podem, portanto, ser descritos como “totais”; inversamente, não podem ser considerados como a fração “biodisponível”, uma vez que o processo de extração é demasiadamente vigoroso para representar qualquer processo biológico (ISO 11466, 1995).

Segundo Chen; Ma (2001) e Melo; Silva (2008), a digestão realizada em sistema fechado sob pressão em fornos microondas reduz os riscos associados à contaminação e perda dos elementos químicos voláteis além da redução de tempo

de preparação comparados aos métodos clássicos realizados por sistemas abertos. Porém o forno de microondas possui elevado custo para aquisição e manutenção, necessitando de profissionais altamente capacitados devido à operação complexa de seu sistema (SILVA et al., 2007). Entretanto, Sastre et al. (2002), ressaltam que métodos de digestão abertos realizados em blocos digestores facilitam a evaporação do ácido e a secagem dos extratos digeridos, além de permitirem a análise simultânea de um maior número de amostras, e reduzirem possíveis problemas analíticos em etapas subsequentes a digestão.

O  $\text{HNO}_3$  concentrado adicionado a solução dissolutora água régia, promove a oxidação do HCl concentrado, originando por exemplo, o cloro molecular e o cloreto de nitrosila ( $3\text{HCl} + \text{HNO}_3 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{NOCl} + \text{Cl}_2$ ) (CHEN; MA, 2001). A presença de do íon cloreto, associado ao grande poder oxidante dos ácidos empregados, torna a solução água régia extremamente eficaz na extração de metais pesados constituintes da fração mineral dos silicatos (AGUIAR et al., 2007; COSTA et al., 2010).

Pérez et al. (2013), avaliando três metodologias de extração de metais pesados de solos do Mato Grosso do Sul em condições de digestão fechada sob pressão em forno microondas; a água régia (ISO, 12914), água régia invertida (USEPA, 3051A) e nítrica (USEPA, 3051), verificaram que nenhum dos métodos utilizados apresentaram extração estatisticamente similar, sendo o método água régia (ISO, 12914) o qual apresentou maior valor de metais pesados extraídos.

Nos Estados Unidos, a Agência de Proteção Ambiental - USEPA (United States Environmental Protection Agency) apresenta e recomenda para a determinação de metais pesados em sedimentos, lamas e solos os métodos 3050 (USEPA, 1994) atualizado em 2008, e 3050B (USEPA, 1996a) para procedimentos em sistema aberto sob bloco digestor; e os métodos 3051 (USEPA, 1994), 3051A (USEPA, 2007) e 3052 (USEPA, 1996) para procedimentos em sistema fechado sob pressão em fornos microondas.

Os métodos 3050 e 3050B dissolverão a maior parte os elementos que poderiam tornar-se disponíveis ambientalmente. Não serão dissolvidos os elementos ligados em estruturas de silicatos, uma vez que geralmente não são móveis no ambiente, sendo considerados métodos de extração pseudototal (USEPA, 1996a; USEPA, 2008).

Segundo Abreu (2002), as diferentes quantidades extraídas por soluções extratoras estão intimamente ligadas à composição e concentração dos reagentes que compõem a solução extratora, ao tempo e a temperatura de extração, dentre outros fatores.

O método 3050 (USEPA, 2008) fornece procedimentos para a digestão de solo, sendo também muito utilizado para digestão de material vegetal, devido ao fato de além do  $\text{HNO}_3$ , ser empregado o  $\text{H}_2\text{O}_2$ , um forte oxidante que auxilia na oxidação do material orgânico, solubilizando os metais (USEPA, 2008). Neste método, são utilizados sistemas abertos de digestão a temperatura de aproximadamente  $95^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ .

O método 3050B (USEPA, 1996a) consiste em um procedimento de abertura de amostras também sob sistemas abertos, à temperatura aproximada de  $95^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , sendo considerado um procedimento específico para digestão de solo e outros materiais como, por exemplo, fertilizantes fosfatados, visto que além do  $\text{HNO}_3$  e o  $\text{H}_2\text{O}_2$ , utiliza o HCl, um poderoso dissolutor (CAMPOS et al., 2005).

O método 3051 (USEPA, 1994) proporciona a oxidação do material orgânico pela ação do  $\text{HNO}_3$ , sob alta temperatura e pressão em sistema fechado de forno microondas, podendo ser utilizado para solos e plantas.

O método 3051A (USEPA, 2007) fornece procedimentos para a digestão de solo, sedimentos, lamas e óleos, sendo este uma readequação do método 3051 (USEPA, 1994) pela adição de HCl concentrado para melhorar a recuperação dos elementos Ag, Fe, Al, e Sb. O método 3051A não se destina a realizar a decomposição total da amostra devido não atacar a sílica, sendo classificado como um método de extração pseudototal de metais executado sob sistema fechado em equipamento microondas (USEPA, 2007).

Tal método é considerado como água régia invertida, devido utilizar os ácidos  $\text{HNO}_3$  e HCl concentrados em proporções inversas, ou seja, três partes de  $\text{HNO}_3$  para uma parte de HCl (proporção 3:1 -  $\text{HNO}_3$ :HCl), porém realizado em sistema fechado em equipamento microondas.

Nos métodos de abertura de amostras 3050 (USEPA, 2008), 3050B (USEPA, 1996a), 3051 (USEPA, 1994) e 3051A (USEPA, 2007), a extração somente se aproxima do total, visto que tais métodos são capazes somente de solubilizar metais ligados aos constituintes orgânicos e não dissolver silicatos. Para que se possa promover a dissolução total dos metais constituintes dos silicatos a USEPA prescreve o método 3052 (USEPA, 1996).

O método 3052 é realizado sob pressão em sistema fechado de digestão por microondas, aplicável a matrizes silicatadas, orgânicas e outras matrizes complexas. Por utilizar HF em seu procedimento, é considerado um método de extração total de elementos, proporcionando uma solubilização completa de toda a sílica presente em amostras de solos analisadas (USEPA, 1996). No entanto, em sistemas fechados de digestão (microondas) podem ser formados fluoretos insolúveis com precipitação (Al, Ca, Fe e Mg) e co-precipitação (Rb, Sr, Y, Cs, Ba, Pb, Th e U) de alguns elementos pela reação do HF utilizado, impedindo a recuperação quantitativa dos mesmos (VIEIRA et al., 2005). Geralmente nesse método, são adicionados à amostra o  $\text{HNO}_3$  e o HF concentrado, sendo em seguida submetidas à irradiação no equipamento microondas em programação de tempo e pressão específicos ao tipo de material a ser digerido, ácidos empregados e o modelo do equipamento utilizado. Outras combinações de ácidos alternativos e reagentes adicionais incluindo o HCL e  $\text{H}_2\text{O}_2$  podem ser utilizadas de acordo com a matriz a ser digerida (USEPA, 1996).

Embasado em metodologias propostas pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos, o Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA sob a resolução

nº 420/2009 em seu item 3 do Anexo I, estabelece os métodos USEPA 3050 ou 3051, e suas atualizações, como métodos padrões para a obtenção dos teores pseudototais de metais em solos brasileiros, a fim de promover o monitoramento e controle da poluição (CONAMA, 2009). Entretanto o teor pseudototal de metais presentes no solo determinados por esses métodos não é um parâmetro que expresse sua disponibilidade imediata para as plantas e sim um conhecimento de sua reserva no solo (CAMARGO et al., 2000; TEÓDULO et al., 2003).

Outros métodos ainda são propostos na literatura científica para a abertura de amostras de solos, plantas e resíduos orgânicos, como os postulados por Tedesco et al. (1995), que sugerem para a determinação de macronutrientes (N, P, Ca e Mg) a utilização de ácido  $H_2SO_4$  concentrado e  $H_2O_2$  associados a uma mistura digestora composta por sulfato de sódio ( $Na_2SO_4$ ), Sulfato de Cobre II Pentahidratado ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ) e selênio em pó, proporcionando uma oxidação parcial de compostos orgânicos, o que evita a formação de espuma e perda de material no início do processo de digestão, o qual atinge temperaturas finais de até 350-370°C (TEDESCO et al., 1995).

A metodologia envolvendo a utilização de  $HNO_3$  e  $HClO_4$ , conhecida como nitroperclórica, também proposta por Tedesco et al. (1995) sob sistema aberto à temperaturas de até 180°C, promove a digestão de amostras de tecido vegetal e outros materiais orgânicos para a determinação de micronutrientes (Zn, Cu, Mn e Fe), S e Na, sendo também possível determinar outros elementos no extrato, como metais pesados (Pb, Ni, Cd, Cr etc) e macronutrientes (P, K, Ca e Mg) (TEDESCO et al., 1995). Ambos os ácidos ( $HNO_3$  e  $HClO_4$ ) são oxidantes, tendo o  $HNO_3$  a função de moderar a forte ação oxidante do  $HClO_4$  (ABREU et al., 2002).

Tal método deve ser empregado com muito cuidado, visto que o  $HClO_4$  possui elevado poder oxidante podendo causar explosão (ALLOWAY, 1995). O método nitroperclórico não proporciona a adsorção de elementos metálicos na sílica, o que se observa na queima a 500 - 600°C; também não apresenta perda de elementos por volatilização, com exceção de B e Cl, devido à temperatura não ultrapassar o ponto de ebulição do  $HClO_4$  (203°C) (TEDESCO et al., 1995).

Em extração simultânea de diferentes metais, o  $H_2SO_4$  não é recomendado devido à formação de sais de sulfato, o que ocorre principalmente em amostras de solo ricas de metais alcalinos terrosos. A utilização de HCl nem sempre evita a formação de sais insolúveis durante e após a digestão. Já a utilização de  $HNO_3$  garante que não ocorra a formação de sais insolúveis, podendo-se assim detectar maior quantidade do elemento avaliado (COSTA et al., 2010).

São encontrados na literatura diversos trabalhos envolvendo vários métodos de extração de metais no solo e plantas, porém são poucos os quais fazem um estudo de comparação entre si (o mesmo método utilizado), provavelmente decorrente dos diferentes extratores utilizados nas diversas metodologias empregadas o que pode explicar a variação de resultados obtidos em relação à capacidade de alguns extratores químicos em quantificar a disponibilidade de metais pesados (GOMES, 1996).

Objetivando comparar a eficiência entre a metodologia de digestão total e pseudototal e se esses diferentes procedimentos analíticos alteram a interpretação geoquímica de metais em sedimentos marinhos da plataforma continental Nordeste oriental brasileira, Aguiar et al., (2007) avaliaram as concentrações de Al, Cr, Cu, Ba, Fe, Mn, Ni, Pb, V e Zn. Para a abertura das amostras através do método de digestão total foi utilizada uma mistura nítrico-fluorídrica ( $\text{HNO}_3/\text{HF}$ ) e para o procedimento de digestão pseudototal foi utilizado a mistura água régia (50%). Os autores observaram que as concentrações dos metais obtidas pelo procedimento de digestão total foram superiores aos resultados determinados pelo procedimento de digestão pseudototal, visto que a mistura ácida utilizada na digestão total solubiliza os metais nas frações lábeis e refratárias. Entretanto os resultados obtidos por meio de ambos os procedimentos de abertura das amostras (total e pseudototal) não alteram a interpretação geoquímica dos metais nos sedimentos, podendo ambos serem utilizados para tal finalidade. Porém a digestão pseudototal por apresentar melhor sensibilidade analítica, demonstrou melhor a partição de metais em relação aos carreadores geoquímicos avaliados: Alumínio, carbonatos e matéria orgânica. Já o processo de digestão total, mostrou pequenas diferenças entre alguns analitos, sendo mais eficiente para uma determinação individualizada dos elementos, como por exemplo, para Alumínio. De forma geral os resultados obtidos mostraram que a digestão pseudototal com água-régia a 50% além de diminuir o tempo de análise e a descarga de efluente laboratorial perigoso muito reativo e ácido, permitiu caracterizar a geoquímica de metais analisados em sedimentos marinhos carbonáticos, de forma semelhante à digestão total dos sedimentos.

Comparando diferentes metodologias analíticas na abertura de amostras de solo catarinense de diferentes materiais de origem (basalto e granito-migmatito), Pelozato et al., (2011) promoveram a determinação dos teores de Cd, Cu e Zn de solos sem contaminação antrópica intencional. Foram utilizadas as metodologias 3050B (USEPA, 2008), Tedesco et al. (1995) (sulfúrica:  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ ) e água régia modificado por Pierangelli (1999), ambas caracterizadas como extração pseudototal. Os autores verificaram que o método USEPA 3050B extraiu em média 45% e 36% a mais de Cu do que o método água régia modificado e do que o método postulado por Tedesco et al., (1995) (sulfúrica), respectivamente. A maior extração apresentada pelo método USEPA 3050B, segundo os autores, se deve ao fato do uso combinado de ácidos fortes ( $\text{HCl}$  e  $\text{HNO}_3$ ) associados ao  $\text{H}_2\text{O}_2$  um poderoso oxidante, além do maior tempo de digestão. A utilização de  $\text{HNO}_3$  na abertura de amostras realizadas por esse método garante que não ocorra a formação de sais insolúveis durante e após a digestão, o que nem sempre ocorre com os ácidos utilizados nas demais metodologias avaliadas ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  e  $\text{HCl}$ ). Já o método água régia extraiu menor teor dos metais analisados em relação ao método proposto por Tedesco et al. (1995). Isso de acordo com os autores ocorreu devido ao menor tempo e temperatura empregado em bloco digestor, permanecendo apenas 2 horas a  $90^\circ\text{C}$ , conforme postulado pelo protocolo de Ure

(1990) modificado por Pierangelli (1999). A pesquisa revelou ainda a interação entre as metodologias de digestão e o material de origem do solo, mostrando que o método USEPA 3050B extraiu maior teor de Cu no solo de origem basáltica, enquanto que para o solo de origem granítica/migmatito não ocorreu diferença significativa entre métodos utilizados. O Zn também apresentou teor superior quando extraído pelo método USEPA 3050B, tanto para solos de origem basáltica como de origem granítica/migmatito. Assim como para o Cu e Zn, os maiores teores de Cd foram encontrados pelo método USEPA 3050B, sendo superior o teor no material de origem basáltico. De modo geral, dentre os protocolos avaliados, o método USEPA 3050B, mostrou-se mais eficiente na extração dos elementos analisados, solubilizando diferentes frações minerais, até mesmo silicatadas, como caulinita e parte dos feldspatos das amostras de solos derivadas de basalto.

Lima et al. (2015) avaliaram três métodos de digestão pseudototal com relação à capacidade de solubilização dos elementos Zn, Mn, Fe, Cu, Ni, Pb, Cr e Ba presentes em organossolos de diferentes regiões edafoclimáticas do Brasil. Os métodos avaliados foram a água régia (ISO 12914, 2012) na proporção 3:1 (HCl:HNO<sub>3</sub>); USEPA 3051 (USEPA, 1994) considerado o método da água régia invertido, na proporção 1:3 (HCl:HNO<sub>3</sub>) e USEPA 3051A (USEPA, 2007) utilizando somente HNO<sub>3</sub>, ambos realizados em sistema fechado, através do equipamento microondas. Os resultados mostraram que para os elementos Fe, Mn e Cu não houve diferenças estatísticas entre os três métodos de digestão. Para os elementos Zn, Ni, Pb e Cr, houve diferença significativa entre os métodos comparados, sendo a água régia o método que extraiu os teores mais elevados. Para o Ba, verificou-se que a digestão nítrica (USEPA 3051) apresentou capacidade de solubilização superior aos demais métodos de digestão, sendo o mais eficiente na extração. O comportamento oposto do Ba aos outros metais analisados pelos métodos que utilizam ácido clorídrico, segundo os autores ocorreu devido uma possível formação de precipitados de BaCl<sub>2</sub>. Em geral, observou-se com a avaliação dos métodos de digestão pseudototal, que o método que empregou-se maior quantidade de HCl, possibilitou a dissolução de grande parte dos metais analisados nas amostras de organossolos.

De modo geral, diferentes métodos de digestão para a determinação do teor de metais pesados em solos e plantas tem sido mencionados na literatura científica, tendo os mais comuns utilizado combinações de diferentes ácidos inorgânicos a quente por meio de sistemas abertos em blocos digestores, os quais apresentam menor custo operacional e uma considerável recuperação do elemento, ou seja, bom custo x benefício. Também tem sido empregados métodos de digestão em sistema fechado sob pressão por meio de fornos microondas, em virtude da agilidade e segurança do procedimento de digestão, apresentando menor suscetibilidade de contaminação e de perda de metais voláteis. Contudo, ainda é considerado um método restrito, pelo elevado custo de aquisição dos equipamentos e suas respectivas manutenções.

O método de digestão utilizado poderá influenciar na concentração dos metais

pesados analisados, podendo os resultados de uma mesma amostra ser discrepantes entre métodos. As diferentes soluções extratoras aliadas às diversas condições de tempo e temperatura, que muitas vezes são adaptadas no processo de digestão de solos e plantas acabam tornando difícil a comparação de resultados experimentais.

Ainda não existe unanimidade em relação ao uso de soluções extratoras e ao tipo de abertura de amostras mais adequados para determinação de metais pesados em solos e plantas. No entanto, grandes organizações como a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos e a Organização Internacional para Padronização da comunidade Européia desenvolveram e validaram os principais métodos analíticos de extração pseudototal de metais para solos e plantas a fim de padronizá-los, tornando-os reconhecidos mundialmente.

## 4 | CONCLUSÃO

Os métodos mais comuns para a abertura de amostras têm utilizado combinações de diferentes ácidos inorgânicos à quente por meio de sistemas abertos em blocos digestores (ISO 11466; USEPA 3050; USEPA 3050B; Nitroperclórica e Sulfúrica) ou por meio de métodos de digestão em sistema fechado sob pressão em fornos microondas (ISO 12914; USEPA 3051; USEPA 3051A; USEPA 3052). Ainda não existe unanimidade em relação ao uso de soluções extratoras e ao tipo de abertura de amostras mais adequados para determinação de metais pesados em solos e plantas, devendo a escolha do método a ser utilizado, levar em consideração as condições específicas de cada material, como seu tipo e origem. A abertura de amostras nos quais envolvam métodos com misturas ácidas menos agressivas, assim como sistemas fechados devem ser preferidos, em função da maior segurança operacional, menor susceptibilidade a contaminação e a perda de elementos voláteis. Contudo, a disponibilidade de equipamentos e reagentes, além da relação custo x benefício dos procedimentos analíticos devem ser considerados em cada laboratório.

## REFERÊNCIAS

ABREU, C., A.; ABREU, M., F.; BERTON, R., S. **Análise química de solo para metais pesados**. In: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo. (Org.). Tópicos em Ciência do Solo. 1 ed. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, v. 2, p. 645-692. 2002.

ALLOWAY, B., J. **Heavy metals in soils**. 2ª ed. Glasgow: Blackie Academic, 364 p. 1995.

AGUIAR, J., E.; MARINS, R., V.; ALMEIDA, M., D. **Comparação de metodologias de digestão de sedimentos marinhos para caracterização da geoquímica de metais traço na plataforma continental nordeste oriental brasileira**. *Geochimica Brasiliensis*, 21(3)304 - 323. 2007.

AMARAL SOBRINHO, N., M., B.; VELLOSO, A., C., X.; OLIVEIRA, C. **Solubilidade de metais pesados em solo tratado com resíduo siderúrgico**. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.21, p. 9-16. 1997.

AMARAL SOBRINHO, N., M., B.; COSTA, L., M.; OLIVEIRA, C.; VELLOSO, A., C., X. **Metais pesados em alguns fertilizantes e corretivos**. R. Bras. Ci. Solo, v.16, p.271-276. 1992.

CAMARGO, M., S.; ANJOS, A., R., M.; ROSSI, C.; MALAVOLTA, E. **Adubação fosfatada e metais pesados em latossolo cultivado com arroz**. Scientia Agricola, v.57, n.3, p.513-518. 2000.

CAMPOS, M., L.; SILVA, F., N.; FURTANI NETO, A., E.; GUILHERME, L., R., G.; MARQUES, J., J.; ANTUNES, A., S. **Determinação de cádmio, cobre, cromo, níquel, chumbo e zinco em fosfatos de rocha**. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, v.40, n.4, p.361-367. 2005.

CONSELHO NACIONAL DE MEIO AMBIENTE. **Resolução CONAMA n. 420, de 28 de janeiro de 2009**. Brasília, 16 p. 2009.

COSTA, C., N.; MEURER, E., J.; BISSANI, C., A.; SELBACH, P., A. **Contaminantes e poluentes do solo e do ambiente**. In: MEURER, E., J. Fundamentos de química do solo, Porto Alegre: Evangraf. 2010.

CHEN, M.; MA, L., Q. **Comparison of three aqua regia digestion methods for twenty Florida soils**. Soil Sci. Soc. Am. J. 65:491-499. 2001.

GOMES, P., C. **Fracionamento e biodisponibilidade de metais pesados influenciados por calagem e concentrações de metais em Latossolo Vermelho-Amarelo**. Viçosa. 161p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Viçosa. 1996.

ISO - International Standard: Soil quality. **Extraction of trace elements soluble in aqua regia**. ISO 11466. 1995.

ISO - International Standard: Soil quality. **Microwave-assisted extraction of the aqua regia soluble fraction for the determination of elements**. ISO 12914. 2012.

LENARDÃO, E., J.; FREITAG, R., A.; DABDOUB, M., J.; BATISTA, A., C., F.; SILVEIRA, C., C. **“Green chemistry”: os 12 princípios da química verde e sua inserção nas atividades de ensino e pesquisa**. Química Nova, 26:123-129. 2003.

LIMA, E., S., A.; AMARAL SOBRINHO, N., M., B.; PÉREZ, V., D.; COUTINHO, I., B. **Comparing Methods for Extracting Heavy Metals from Histosols for Establishing Quality Reference Values**. Revista Bras. Ciência do Solo. 2015.

MELO, L., C., A.; SILVA, C., A. **Influencia de métodos de digestão e massa de amostra na recuperação de nutrientes em resíduos orgânicos**. Química Nova, v. 31, n.º. 3, p.556-561. 2008.

PELOZATO, M.; HUGEN, C.; CAMPOS, M., L.; ALMEIDA, J., A.; SILVEIRA, C., B.; MIQUELLUTI, D., J.; SOUZA, M., C. **Comparison among methods of extraction of cadmium, copper and zinc in soils derived of basalt and granite-migmatite in Santa Catarina, Brazil**. Revista de Ciências Agroveterinárias. Lages, v.10, n.1, p. 54-61. 2011.

PÉREZ, D., V.; SANTOS, F., A.; SANTOS, F., T.; ESCALEIRA, V.; BIANCHI, S.; PEREIRA, N., R. **Comparação de métodos de digestão para determinação de metais em amostras de solos provenientes do Estado do Mato Grosso do Sul**. Química Analítica e Qualidade de Vida. Belo Horizonte. 2013.

PEREIRA, J., C.; GUIMARÃES SILVA, A., K.; NALINI JÚNIOR, H., A.; PACHECO SILVA, E.; LENA, J., C. **Distribuição, fracionamento e mobilidade de elementos traço em sedimentos superficiais**. Quim. Nova, v. 30, n. 5, p.1249-1255. 2007.

PIERANGELI, M., A., P. **Chumbo em Latossolos Brasileiros: adsorção e dessorção sob efeito de pH e força iônica**. 108p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras. 1999.

RAURET, G. **Extraction procedures for the determination of heavy metals in contaminated soil and sediment.** Talanta, Amsterdam, v. 46, n. 3, p.449-455. 1998.

ROCA, J.; POMARES, F. **Prediction of available heavy metals by six chemical extractants in a sewage sludge-amended soil.** Communications in Soil Science and Plant Analysis, v.22, p.2119-2136. 1991.

SALDANHA, M., F., C.; PEREZ, D., V.; MENEGUELLI, N., A.; MOREIRA, J., C.; VAITSMAN, D., S. **Avaliação de cinco tipos de abertura para determinação dos teores de ferro, manganês e zinco em alguns solos brasileiros.** EMBRAPA – CNPS, n.1, p.1-10. 1997.

SASTRE, J.; SAHUQUILLO, A.; VIDAL, M.; RAURET, G. **Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples: microwave assisted total digestion versus aqua regia and nitric acid extraction.** Analytica Chimica Acta, v. 462, p. 59-72. 2002.

SHARAMEL, O.; MICHALKE, B.; KETTRUP, A. **Study of the copper distribution in contaminated soils of hop fields by single and sequential extraction procedures.** Sci. Total Environ., v. 263, p. 11-22. 2000.

SILVA, F., C.; NETO, J., W.; ZANFELICI, M., R. **Comparação metodológica para abertura de resíduos sólidos orgânicos urbanos na determinação dos teores totais de metais pesados.** International Conference on Engineering and Computer Education, Sao Paulo, p. 501-504. 2007.

SODRÉ, F., F.; PERALTA ZAMORA, P., G.; GRASSI, M., T. **Digestão fotoquímica, assistida por microondas, de águas naturais: aplicação em estudos de partição e especiação do cobre.** Quim. Nova, Vol. 27, No. 5, 695-700. 2004.

SOUZA, V., L., B.; LIMA, V.; HAZIN, C., A.; FONSECA, C., K., L.; SANTOS, S., O. **Biodisponibilidade de metais traço em sedimentos: uma revisão.** Brazilian Journal of Radiation Sciences. International Joint Conference Radio, Brazil. Sociedade Brasileira de Proteção Radiológica - SBPR, Gramado, RS. P. 26-29. 2015.

TEDESCO, M., J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C., A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S., J. **Análises de solo, plantas e outros materiais.** Boletim Técnico nº 5 - Departamento de Solos - UFRGS. 174 p. 1995.

TEÓDULO M., J., R.; LIMA, E., S.; NEUMANN, V., H., M., L.; LEITE, P., R., B.; SANTOS, M., L., F. **Comparação de métodos de extração parcial de metais traço em solos e sedimentos de um estuário tropical sob a influência de um complexo industrial portuário, Pernambuco Brasil.** Estudos Geológicos v. 13: 23-34. 2003.

URE, A., M. **Methods of analysis of heavy metals in soils.** In: Alloway, B., J. Heavy metals in soils. New York: John Wiley, 368p. 1990.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Acid digestion of sediments, sludges, and soils.** EPA method 3050b. 12p. 1996a.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Acid extraction of sediments, sludges, and soils.** EPA method 3050. 14p. 2008.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and soils.** EPA method 3051. 14p. 1994.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and soils.** EPA method 3051A. 30p. 2007.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Microwave assisted acid digestion of**

**siliceous and organically based matrices.** EPA method 3052. 20p. 1996.

VIEIRA, E., C.; KAMOGAWA, M., Y.; LEMOS, S., G.; NÓBREGA, J., A.; NOGUEIRA, A., R., A.  
**Decomposição de amostras de solos assistida por radiação microondas: estratégia para evitar a formação de fluoretos insolúveis.** R. Bras. Ci. Solo, 29:547-553. 2005.

## **SOBRE O ORGANIZADOR**

**Alan Mario Zuffo** - Engenheiro Agrônomo (Universidade do Estado de Mato Grosso – UNEMAT/2010), Mestre em Agronomia – Produção Vegetal (Universidade Federal do Piauí – UFPI/2013), Doutor em Agronomia – Produção Vegetal (Universidade Federal de Lavras – UFLA/2016). Atualmente, é professor visitante na Universidade Federal do Mato Grosso do Sul – UFMS no Campus Chapadão do Sul. Tem experiência na área de Agronomia – Agricultura, com ênfase em fisiologia das plantas cultivadas e manejo da fertilidade do solo, atuando principalmente nas culturas de soja, milho, feijão, arroz, milheto, sorgo, plantas de cobertura e integração lavoura pecuária. E-mail para contato: alan\_zuffo@hotmail.com

Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-7247-285-2

