

# **APLICAÇÃO DA ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA COM PLASMA INDUTIVAMENTE ACOPLADO (ICP-OES) NA DETERMINAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE NITROGÊNIO, FÓSFORO E POTÁSSIO EM AMOSTRAS AMBIENTAIS**

Prof. Dr. Cristiano Morita Barrado<sup>\*</sup>

Prof. Dr. Alberthmeiry Teixeira de Figueiredo<sup>\*</sup>

Ronaldo José da Rocha<sup>\*</sup>

**Resumo:** Este trabalho, orientado pelo Prof. Dr. Cristiano Morita Barrado e coorientado pelo Prof. Dr. Alberthmeiry Teixeira de Figueiredo, teve como tema “Aplicação da Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES) na Determinação e Quantificação de Nitrogênio, Fósforo e Potássio em Amostras Ambientais”. Esta técnica envolve a excitação de elétrons através do plasma de argônio. Quando os elétrons retornam ao estado fundamental, emitem radiação com comprimento de onda característico para cada elemento químico. O objetivo central deste trabalho é promover uma revisão da técnica ICP-OES, considerando sua aplicabilidade, vantagens e desvantagens frente a outras técnicas para determinação de NPK. A quantificação desses elementos é de extrema importância ambiental. O uso indiscriminado de fertilizantes contendo NPK pode interferir negativamente nos ecossistemas. Dentre outros aspectos, níveis elevados de nitrogênio e fósforo estão associados à eutrofização, crescimento excessivo de algas, que, por sua vez, leva a uma diminuição do nível de oxigênio dissolvido em água, provocando a morte de peixes. Além disso, o potássio em níveis elevados, por exemplo, pode dificultar a absorção, pelas plantas, de cálcio e magnésio, nutrientes fundamentais para o desenvolvimento vegetal. Dessa forma, a determinação de NPK, contribui para a sustentabilidade ambiental.

**Palavras-chave:** ICP-OES; nitrogênio; fósforo; potássio; espectrometria.

## **INTRODUÇÃO**

A agricultura tradicional e extensiva, de baixa tecnologia e baixa produtividade, tinha como fator primordial para a ocupação de uma área a “fertilidade natural” do solo. Dessa forma, ocupavam-se grandes extensões de terras, levando à degradação de muitas áreas, as quais hoje, necessitam de correção e fertilização, conforme Raij (2011), para que seja restaurada a cobertura vegetal e o teor de matéria orgânica.

---

<sup>\*</sup> Instituto de Química – UFCAT: [cristiano@ufcat.edu.br](mailto:cristiano@ufcat.edu.br), [alberth@ufcat.edu.br](mailto:alberth@ufcat.edu.br), [ronaldorocha\\_br@hotmail.com](mailto:ronaldorocha_br@hotmail.com).

Conforme esse autor, com o desenvolvimento de novas tecnologias e o crescimento do uso de fertilizantes e corretivos, a fertilidade natural do solo não é mais um fator determinante para a produtividade agrícola. Solos considerados impróprios podem ter a sua fertilidade restaurada, permitindo que áreas naturalmente férteis e ricas em biodiversidade sejam preservadas. Isso contribui, ainda que em pequena proporção, para que haja um equilíbrio entre o desenvolvimento econômico e a conservação do meio ambiente.

Segundo Silva *et al* (2024), solos tropicais são naturalmente carentes de nutrientes minerais. Na visão de Raij (2011), para que haja alimento em quantidade suficiente para atender a humanidade, a fertilização mineral é indispensável.

Nutrientes são elementos essenciais sem os quais a planta não consegue completar o seu ciclo de vida. Além disso, Dechen e Nachtigall (2007) mencionam que, para ser considerado essencial, um elemento também precisa ser insubstituível, mesmo que por outro com propriedades semelhantes. Os elementos que são considerados essenciais tem, obrigatoriamente, participação direta no metabolismo da planta, ou seja, fazem parte de alguma molécula essencial a esse metabolismo. Conforme Raij (2011), alguns nutrientes são obtidos pela planta a partir do ar ou da água, como carbono, hidrogênio e oxigênio. Outros nutrientes, denominados nutrientes minerais, são extraídos do solo e podem ser organizados na Tabela 1.

Tabela 1 – Classificação dos nutrientes minerais em plantas.

| <b>Nutrientes minerais</b>  | <b>Elementos</b>                                                 |
|-----------------------------|------------------------------------------------------------------|
| Macronutrientes primários   | Nitrogênio, fósforo e potássio                                   |
| Macronutrientes secundários | Cálcio, magnésio e enxofre                                       |
| Micronutrientes             | Boro, cloro, cobre, ferro, manganês, molibdênio, níquel e zinco. |

Fonte: RAIJ (2011).

Conforme Dechen e Nachtigall (2007), os macronutrientes são requeridos, pela planta, na ordem de g.Kg-1 de matéria seca de planta. Já os micronutrientes requeridos na ordem de mg.Kg-1 de matéria seca de planta. A classificação dos macronutrientes em primários e secundários, segundo Raij (2011), considera, além

do grau de importância do nutriente para a planta, a relevância comercial do nutriente.

### **Nutrição mineral com NPK**

A adubação com NPK é composta pelos macronutrientes primários: nitrogênio (N), fósforo (P) e potássio (K). Conforme Silva *et al* (2024), tais macronutrientes desempenham papel essencial na formação dos tecidos vegetais, no transporte de substâncias e armazenamento de energia, além de aumentar a resistência da planta ao estresse hídrico.

Segundo Dechen e Nachtigall (2007), o nitrogênio, absorvido do solo ou fixado do ar, dá origem a aminoácidos que irão formar proteínas. Isso contribui para o crescimento da planta, sobretudo para o aumento da superfície folhar, favorecendo o processo da fotossíntese. Adicionalmente, o nitrogênio está envolvido na síntese da clorofila, a qual é essencial para a conversão da energia luminosa em energia química. Baixos teores de nitrogênio podem comprometer o processo fotossintético, a absorção de nutrientes e o crescimento da planta. Teores elevados, por outro lado, são responsáveis por um crescimento exagerado da parte aérea da planta, podendo levar ao acamamento de gramíneas, dificultando a colheita e podendo comprometer a qualidade do produto.

No que tange às questões ambientais, Dechen e Nachtigall (2007), também destacam que o nitrogênio está presente no solo principalmente na forma de nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ), que é bastante solúvel em água. Com isso, a água de irrigação, ou mesmo a água da chuva, podem carrear-lo para o subsolo ou para cursos d'água. Teores elevados de nitrato em cursos d'água estão associados ao crescimento excessivo de algas e à redução da concentração de oxigênio dissolvido, provocando um desequilíbrio no ecossistema aquático, podendo ocorrer a morte de peixes (IRLANDA, 2025). Em adição, bebês que consomem água contaminada por nitrato podem sofrer com metahemoglobinemia, dificultando o transporte de oxigênio para os tecidos. (ESTADOS UNIDOS, 1995)

Conforme *Bucher et al (2018)*, o fósforo tem papel essencial na síntese de “DNA, RNA, ATP e NADPH”. Além disso, conforme esses autores o fósforo tem participação fundamental em processos como “fotossíntese, respiração, metabolismo de carboidratos, fixação de N e ativação de proteínas por meio de fosforilações”. Dechen e Nachtigall (2007) destacam que o potássio promove uma “rápida formação e crescimento das raízes” e está relacionado com a “transferência de características hereditárias”. Segundo esses autores, a deficiência de fósforo prejudica o crescimento da planta, atrasa a maturação do cultivo, podendo gerar áreas mortas em caules, folhas e frutos.

Os excessos de fósforo, assim como de nitrogênio, principalmente de origem antrópica, afetam os ecossistemas aquáticos promovendo a eutrofização. Ocorre o crescimento significativo de organismos fitoplancônicos e fitobentônicos (SANTOS E MEDEIROS, 2023). Dentre as atividades humanas que mais contribuem para o fenômeno da eutrofização, destacam-se o lançamento de efluentes domésticos e industriais, em corpos d’água, sem o devido tratamento prévio, além da agricultura intensiva, com o uso indiscriminado de fertilizantes. Nesse caso, o excesso de fertilizante tende a ser carregado para os corpos d’água através da chuva ou mesmo através do processo de irrigação.

O terceiro participante da adubação NPK, o potássio participa do mecanismo de regulação da osmose celular aumentando a resistência ao estresse hídrico, colaborando para a manutenção da água nos tecidos vegetais em períodos de estiagem. De acordo com *Bucher et al (2018)*, embora não esteja presente em nenhuma estrutura ou molécula orgânica na planta, o potássio “atua em muitos processos fisiológicos no vegetal”, ativando diversos sistemas enzimáticos, sendo indispensável para a fotossíntese. Nesse sentido, uma baixa disponibilidade de potássio implica em redução do crescimento e da produção da planta, além do mal desenvolvimentos do sistema radicular e da baixa resistência a patologias (DECHEN E NACHTIGALL, 2007).

É inegável que, de um modo geral, a adubação NPK, colabora diretamente para um aumento da produtividade uma vez que possibilita um aumento da biomassa e a formação de raízes mais robustas.

No que tange à produtividade agrícola, é de extrema importância a quantificação de nutrientes. Raij (2011) afirma que:

[...] Se houver deficiência de um nutriente no solo, o crescimento vegetativo será afetado, fato constatado na primeira metade do século XVIII por Liebig, que formulou a chamada “Lei do Mínimo”, segundo a qual, o crescimento da planta é limitado por aquele nutriente que ocorre em menores proporções, sendo este o único a limitar a produção. (RAIJ, 2011)

Em adição, Bernardi, Carmello e Carvalho (2000) apontam a existência de interações entre os nutrientes em plantas. Segundo os autores, em estudos realizados verificou-se que o fornecimento de altos níveis de nitrogênio resultou em baixos teores de potássio nas folhas. Também, um excesso de nitrogênio leva a expectativa de um baixo teor de fósforo. No que tange aos níveis de cálcio e magnésio, macronutrientes secundários, observa-se uma forte correlação com o teor de potássio. Altos níveis de potássio levam a uma queda na absorção de cálcio e magnésio, uma vez que o potássio compete pelos mesmos sítios de absorção.

Observa-se, dessa forma, a importância da análise de NPK a fim de que os teores desses nutrientes sejam acuradamente determinados tanto no solo, quanto em formulações de fertilizantes utilizados no processo de adubação e, obviamente, determinados nas plantas. O intuito é garantir que os nutrientes estejam disponíveis para as plantas numa dosagem balanceada, maximizando a produtividade e reduzindo o impacto ambiental, uma vez que se evita o excesso e o acúmulo do fertilizante no solo ou em cursos d’água.

Com o intuito de identificar e quantificar nutrientes, gerando informação robusta para o uso sustentável da fertilização mineral, este trabalho aborda a aplicação da técnica ICP-OES (Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado), considerando aspectos como aplicabilidade e viabilidade.

## **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **A Espectrometria de Emissão Atômica (AES)**

A espectroscopia estuda a interação dos diferentes tipos de radiação, principalmente da radiação eletromagnética, com a matéria. A espectrometria está relacionada com a medida da intensidade da radiação envolvida nos estudos espectroscópicos.

Dentre os diversos métodos espectrométricos para a análise de elementos, conforme Skoog, Holler e Nieman (2002), destacam-se a espectrometria óptica, espectrometria de massa e a espectrometria de raios-X. A espectrometria óptica

engloba as espectrometrias de absorção (UV/VIS), de emissão e de fluorescência. Dentro do escopo deste trabalho, abordar-se-á a espectrometria de emissão atômica.

De acordo com Skoog, Holler e Nieman (2002), a espectrometria óptica de emissão, utiliza atomizadores que, além de converterem elementos em átomos gasosos ou íons elementares, excitam parte dessas espécies a elevados estados eletrônicos. O retorno dessas espécies ao estado fundamental e a consequente emissão de linhas espectrais na região do UV/VIS possibilitam uma análise elementar tanto qualitativa, quanto quantitativa.

Conforme o Conselho Regional de Química IV Região (2024), a Espectrometria de Emissão Atômica (AES) está baseada na medida da radiação eletromagnética, na região do UV/VIS, emitida por átomos ou íons excitados. O aquecimento de uma amostra pode levar à formação de átomos no estado gasoso. O fornecimento de mais energia pode levar o átomo a um estado excitado. O estado excitado é bastante instável e, após a excitação, rapidamente o átomo retorna ao estado fundamental, realizando a emissão atômica. Com o fornecimento de quantidades ainda maiores de energia, pode ocorrer a ionização desses átomos formando-se íons que, por sua vez, podem ser excitados. Os íons excitados, ao retornarem ao estado fundamental, realizam emissões iônicas.

Diversas fontes podem ser utilizadas no processo de atomização de uma amostra e excitação como, por exemplo, chama, plasma de argônio ou arco elétrico. O Conselho Regional de Química IV Região (2024) destaca que, ao utilizar-se uma chama como fonte, é possível que os átomos no estado gasoso interajam com moléculas presentes na própria chama num processo de recombinação. Desse modo, são formadas novas moléculas que, após serem excitadas, realizam emissões moleculares.

Basicamente, os instrumentos de espectrometria de emissão atômica são construídos utilizando-se nebulizadores que carreiam a amostra para a fonte de excitação, seletores de comprimentos de onda emitidos e detectores que transformam os fótons em corrente elétrica permitindo o registro de espectros de emissão.

A escolha e ajustes da fonte de excitação são de extrema importância. Conforme Skoog, Holler e Nieman (2002), um ligeiro aumento de temperatura pode acarretar num aumento do número de átomos excitados e na potência de linhas de

emissão. Por isso, a espectrometria de emissão requer um controle rígido da temperatura.

Diversas fontes de excitação podem ser utilizadas, a depender do equipamento e do propósito da análise. Por exemplo, conforme o Conselho Regional de Química IV Região (2024), ao utilizar-se uma chama como fonte de excitação é possível atingir uma temperatura em torno de 2000 K (chama ar-propano). A essa temperatura tem-se energia suficiente para excitar átomos de elementos das famílias 1 e 2 da tabela periódica, geralmente Li, Na, K e Ca, devido à energia de ionização relativamente baixa desses elementos. Optando-se por uma fonte como o plasma de argônio (ICP), que alcança uma temperatura mais elevada, é possível analisar muitos outros elementos.

Em relação aos seletores de comprimentos de onda, é possível utilizar desde um simples filtro até um monocromador. Quando se emprega uma excitação por chama, apenas alguns elementos, que possuem baixa energia de ionização, são excitados. Assim, caso o intuito seja utilizar chama para a determinação de um elemento específico, um filtro pode ser suficiente para a seleção do comprimento de onda relativo ao elemento. Por outro lado, a utilização de uma fonte ICP possibilita a análise simultânea de vários elementos e proporciona diversas emissões atômicas e iônicas, caso esse que exige o emprego de um monocromador de alta resolução (por exemplo um do tipo Echelle) para “separar” os diversos comprimentos de onda das diversas emissões dos elementos de interesse, de acordo com o Conselho Regional de Química IV Região (2024).

### **A Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES)**

Segundo He *et al* (2017), a espectrometria de emissão atômica envolve três etapas. A primeira está relacionada com a vaporização da amostra, geração de átomos na fase gasosa, excitação e emissão de luz; A segunda etapa consiste na decomposição da luz emitida, em diferentes comprimentos de onda, por um monocromador, gerando um espectro; Por fim, a terceira etapa é a detecção de comprimento de onda e intensidade de cada linha espectral. O comprimento de onda fornece uma ideia qualitativa. Já a quantificação, dependerá da relação proporcional entre a intensidade do sinal e a concentração do analito.

Um importante método de atomização de amostras consiste na utilização de uma fonte de plasma de argônio indutivamente acoplado (*inductively coupled plasma* – ICP). Segundo He *et al* (2017), o plasma é formado devido à exposição do gás argônio a um campo eletromagnético de alta frequência que, por sua vez, é resultado de uma corrente de alta frequência fluindo através de uma bobina de indução. Produz-se, com isso, uma descarga em forma de chama cuja temperatura pode chegar a cerca de 10000K. Essa tocha, possui energia suficiente para a vaporização, atomização, excitação e ionização na espectroscopia de emissão atômica.

À temperatura alcançada pelo ICP, é possível monitorar tanto a emissão atômica, quanto a emissão iônica de vários elementos, conforme o Conselho Regional de Química IV Região (2024).

O fato de a fonte atingir temperaturas elevadas reduz a interferência entre os elementos, permite a análise multielementar e a determinação de elementos que tendem a formar compostos mais resistentes à decomposição térmica (compostos refratários). Conforme Harris (2001), a utilização de argônio quimicamente inerte também contribui para a eliminação de interferências que ocorrem quando chamas a combustão são utilizadas como fontes. Frente às outras técnicas, o método ICP requer equipamentos ópticos com uma maior resolução uma vez que os espectros gerados apresentam uma enorme quantidade de linhas espectrais.

Segundo Skoog, Holler e Nieman (2002), a fonte de ICP consiste num arranjo tubular, “tocha”, onde um fluxo de argônio é inicialmente ionizado por uma centelha de uma bobina Tesla. Na sequência, os íons e elétrons resultantes interagem com um campo magnético gerado pela bobina. Como existe uma certa resistência ao movimento dessas espécies, tem-se, como consequência, um aquecimento ôhmico o qual fornece temperaturas muito elevadas. Uma das formas de inserção da amostra é através de um nebulizador. Um jato de argônio carrega gotículas da amostra para dentro do canal central do plasma a uma taxa de menos de 1 L.min<sup>-1</sup>, conforme He *et al* (2017).

Harris (2001) também apresenta uma descrição da fonte no ICP. Conforme o autor,

[...] o gás argônio de alta pureza é alimentado pela entrada de gás do plasma. Após uma faísca de uma bobina de Tesla, o gás Ar se ioniza, os elétrons livres são acelerados pelo potente campo de radiofrequência de 27



MHz que oscila sobre a carga da bobina. Os elétrons acelerados colidem com os átomos e transferem sua energia para o gás inteiro. Uma vez começado o processo, os elétrons absorvem energia suficiente da bobina para manter a temperatura de 6000 a 10000 K no plasma. Ele é tão quente (especialmente próximo das bobinas) que o queimador de quartzo deve ser protegido pelo gás refrigerante de Ar que circula pela face exterior do aparelho. (HARRIS, 2001).

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

A metodologia deste trabalho consistiu numa revisão bibliográfica exploratória com o intuito de selecionar publicações relevantes que abordassem a temática da fertilização NPK numa concepção ambiental e, também publicações que tratassem da espectrometria de emissão ótica ICP associada à determinação de nutrientes minerais.

Realizaram-se buscas em bases como CAPES, Scielo e Google Acadêmico, utilizando-se palavras-chaves como “NPK poluição água”, “nutrição mineral de plantas”, “nitrogênio ICP-OES”, entre outras.

Foram utilizados, preferencialmente, trabalhos publicados nos últimos dez anos e publicações de referência, como por exemplo, livros técnicos específicos de grande relevância acadêmica. Também, consideraram-se algumas publicações em páginas da internet de organizações governamentais, as quais foram devidamente referenciadas.

## **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Verificou-se que uma importante aplicação da espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) é na análise de fertilizantes com vistas a identificar e quantificar nutrientes presentes nas formulações. Conforme Thermo Fischer Scientific (2017), faz necessário um controle rigoroso da composição a fim de evitar, por exemplo, uma baixa produtividade ou a eutrofização, quando um excesso de fosfatos e nitratos é carregado pelas chuvas para os cursos

d'água. Para além do NPK, conforme Souza *et al* (2014), os fertilizantes podem ser fontes de elementos tóxicos originados, por exemplo, de matérias-primas não confiáveis, os quais contaminam o solo e alimentos. Para Hamalová *et al* (1997) a análise de fertilizantes é necessária não apenas para um controle de qualidade da produção, mas, também, para garantir uma aplicação eficaz e favorável ao meio ambiente.

A análise de vários macronutrientes e micronutrientes presentes numa mesma amostra pode ser rapidamente realizada, em uma única corrida analítica, por ICP-OES, uma vez que esses equipamentos permitem análises multielementares. O mesmo não ocorre com métodos que envolvem absorção atômica, os quais, em sua imensa maioria, são monoelementares.

Conforme Khan (2022), o ICP-OES é muito versátil permitindo, também, a análise de fármacos, alimentos, solos, entre outras matrizes, sendo de grande importância a seleção do método para digestão da amostra. Além da determinação de elementos essenciais às plantas, é possível a determinação de outros elementos de interesse ambiental como As, Cd, Co, Cr e Pb através de digestão com micro-ondas e ICP-OES, conforme Souza *et al* (2014).

Conforme He *et al* (2017), ICP-OES apresenta a capacidade de realizar análises multielementares, alta sensibilidade, boa reprodutibilidade e baixo efeito matriz. Segundo esses autores a técnica é adequada para a determinação de traços de elementos terras raras em amostras ambientais e biológicas. No que diz respeito ao emprego do ICP-OES na determinação de tais elementos, os autores mencionam um limite de detecção da ordem de ng/mL. Ainda, destacam que os limites de detecção da técnica em estudo costumam ser menores que os fornecidos por espectroscopia de absorção atômica por chama e pela espectrometria de fluorescência atômica. Entretanto, como mencionado pelo Conselho Regional de Química IV Região (2024), a absorção atômica com forno de grafite (GF AAS) apresenta uma maior sensibilidade e menores limites de detecção que o ICP-OES. Harris (2001) justifica os limites de detecção relativamente menores para a absorção com fornos de grafite como o fato de que, nessa técnica, a amostra fica “confinada num volume pequeno para um tempo de permanência relativamente longo no forno”. Esse autor destaca, também, que a utilização de nebulizadores ultrassônicos pode promover uma melhora nos limites de detecção do ICP-OES por um fator de 10 para alguns elementos. Desse modo, em alguns casos, a depender da instrumentação, é

possível obter, com o ICP-OES, limites de detecção muito próximos aos da absorção atômica com fornos de grafite.

Tabela 2 – Comparativo dos limites de detecção de nutrientes (ng/mL)

|                                             | N | P     | K   | Ca   | Mg    | S | B   | Cl | Cu   | Fe   | Mn   | Mo   | Ni  | Zn    |
|---------------------------------------------|---|-------|-----|------|-------|---|-----|----|------|------|------|------|-----|-------|
| <b>ICP-OES</b>                              |   | 7     | 20  | 0,07 | 0,08  | 3 | 1   |    | 0,9  | 0,7  | 0,2  | 3    | 3   | 0,6   |
| <b>Absorção atômica de chama</b>            |   | 40000 | 3   | 0,5  | 0,3   |   | 500 |    | 1    | 5    | 2    | 20   | 90  | 0,5   |
| <b>Absorção atômica de forno de grafite</b> |   | 30    | 0,1 | 0,01 | 0,004 |   | 15  |    | 0,02 | 0,02 | 0,01 | 0,02 | 0,1 | 0,001 |

Fonte: HARRIS (2001). Com adaptações

O ICP-EOS, ao realizar análises multielementares, apresenta uma enorme vantagem em relação aos equipamentos que trabalham com absorção atômica. A absorção atômica, conforme o Conselho Regional de Química IV Região (2024), utiliza fontes de radiação que emitem numa faixa de comprimento de onda específica na qual o analito de interesse absorve. Desse modo, ao monitorar-se a absorção de diferentes elementos fazem-se necessárias diferentes fontes de radiação.

Uma desvantagem da utilização do ICP é o elevado custo do gás argônio. Uma alternativa menos dispendiosa é a fonte MIP (plasma induzido por micro-ondas) que, ao invés de argônio, utiliza o nitrogênio do ar atmosférico. Entretanto, o MIP atinge temperaturas menores (cerca de 5000 K) e apresenta maior interferência química.

Hamalová *et al* (1997), ao analisar fósforo, potássio e magnésio destaca que “em geral, a precisão e acurácia das determinações por ICP-AES são compatíveis com as obtidas por métodos como gravimetria e AAS”. Em estudo comparativo desenvolvido por Soares *et al* (2012), com o objetivo de determinar sódio, potássio e fósforo em extratos de solo, os resultados fornecidos por ICP-OES foram estatisticamente semelhantes aos resultados adquiridos por meio de técnicas convencionais como fotometria de chama e espectrometria de absorção molecular. Nesse estudo os autores destacam que os limites de detecção e quantificação determinados pelo ICP-OES são nitidamente menores que os obtidos pelas técnicas convencionais. Em adição, os autores mencionam que os resultados de fósforo por ICP-OES são maiores que os resultados obtidos por técnicas convencionais e justificam a diferença com o fato de que a elevada temperatura do plasma permite determinar o elemento em todas as suas formas. Técnicas convencionais

determinam um número menor de formas de fósforo. Além disso, conforme Bartos *et al* (2014), diferentes formas de P ou K podem ser determinadas em amostras de fertilizantes pelo ICP-OES, desde que haja uma correta extração por solvente da forma desejada.

Diversos métodos, envolvendo “técnicas gravimétricas, titrimétricas, fotométricas e colorimétricas”, são conhecidos para a determinação de fósforo e potássio em fertilizantes, segundo Bartos *et al* (2014). Entretanto, tais técnicas são trabalhosas, demoradas e muitas vezes utilizam reagentes perigosos. Nesse aspecto, de acordo com o exposto pelo autor, o ICP-OES possibilita uma eliminação do uso reagentes perigosos, obviamente se desconsiderarmos a etapa prévia de digestão ácida de amostras, presente em muitas análises. Também, ocorre uma significativa redução no tempo de análise e na geração de resíduos perigosos.

Yang *et al* (2018), mencionam que o método tradicional para a determinação de fósforo em amostras de solos, o método do azul de molibdênio, apresenta passos complicados e baixa eficiência analítica, sendo “inadequado para determinações rápidas e em lotes de amostras de solo”. Nesse sentido, o ICP-OES encontra maior aplicação.

Conforme exposto por Yang *et al* (2002), no que concerne à determinação de fósforo, a sensibilidade do ICP-OES excede a de métodos oficiais da AOAC - *Association of Official Analytical Chemists* – como, por exemplo, método gravimétrico e método espectrofotométrico de molibdovanadofosfato.

Em estudo comparativo conduzido por Hwang *et al* (2015), o teste t revelou, com 95% de confiança, que os valores de fósforo obtidos pelo método colorimétrico do azul de molibdênio e pelo ICP-OES não são estatisticamente diferentes, tanto em amostras preparadas por *dry ashing* quanto em amostras preparadas por digestão ácida em micro-ondas. Isso corrobora para que o ICP-OES seja tido como uma técnica adequada para a análise de fósforo. Em adição, esses autores mencionam diversas vantagens do ICP-OES como, por exemplo: o baixo limite de detecção; a capacidade de determinar traços de fósforo; bom coeficiente de correlação, acima de 0,999 e boa porcentagem de recuperação.

No que concerne a determinação de nitrogênio por ICP-OES, a literatura é bastante incipiente. A interferência do nitrogênio atmosférico é um fator que dificulta a aplicação da técnica. Comumente o nitrogênio tem sido determinado em amostras

de solos, plantas, águas e efluentes através do método de Kjeldahl, considerado um método robusto.

Sharp (1991) levanta a possibilidade de determinar-se nitrogênio por ICP-OES uma vez que o ar seja excluído do plasma. Um fabricante de equipamentos apresenta a possibilidade de determinar-se nitrogênio acuradamente utilizando um equipamento de ICP-OES sem a necessidade de “modificações dispendiosas ou utilização de tochas customizadas que excluam o nitrogênio atmosférico do plasma” (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2017).

## **CONCLUSÕES**

É inegável a importância da fertilização NPK dentro da agricultura no sentido de fornecer macronutrientes essenciais ao desenvolvimento das plantas, contribuindo para a superação de carências do solo, sejam elas naturais ou advindas de intervenções antrópicas. A fertilização contribui, economicamente, para um aumento da produtividade e, ambientalmente, pode contribuir para que se reduza a busca por novas áreas de cultivo, preservando-se áreas com vegetação natural.

Ao mesmo tempo, existe a necessidade de que a fertilização NPK seja realizada de forma sustentável. Formulações balanceadas garantem que os nutrientes sejam disponibilizados na medida certa conforme as necessidades da planta. Isso melhora a produtividade, reduz custos com fertilizantes e evita que um nutriente em excesso prejudique a absorção de um outro nutriente também essencial. Principalmente, o emprego de uma fertilização equilibrada evita que excessos de nutrientes sejam transportados para corpos d'água e provoquem danos no ecossistema aquático.

Diante disso, é de fundamental importância um controle qualitativo e quantitativo de nutrientes no solo, nas plantas e nas formulações de fertilizantes.

Somente um conjunto robusto de dados permitirá práticas sustentáveis de fertilização.

A utilização de ICP-OES permite a determinação de vários elementos de interesse simultaneamente, em uma única corrida analítica apresentando, em geral, limites de detecção inferiores aos conseguidos com a absorção atômica com chama. Embora a absorção atômica com forno de grafite apresente limites de detecção ainda menores, o ICP-OES é uma técnica multielementar, o que é desejável para a análise de matrizes com diversos nutrientes de interesse.

Diversos trabalhos abordam a análise de fósforo e potássio por ICP-OES. Entretanto a literatura relacionada à determinação e quantificação de nitrogênio é bastante escassa. Certamente, a interferência do nitrogênio atmosférico é um fator complicador da análise. Desse modo, para grande parte das análises de nitrogênio total, tem-se utilizado o método de Kjeldahl que, embora consuma uma quantidade significativa de reagentes e demande um tempo maior, é um método robusto e largamente aceito.

Desse modo, são necessários aprimoramentos em termos de equipamentos e metodologias validadas para que o nitrogênio também possa ser determinado juntamente com outros nutrientes por ICP-OES em uma mesma corrida analítica, tornado a aquisição de dados robustos bastante prática o que, por sua vez, permitirá um planejamento sustentável da fertilização, otimizando a produtividade e reduzindo impactos ambientais.

## REFERÊNCIAS

- BARTOS, J. M. *et al.* Determination of phosphorus and potassium in commercial inorganic fertilizers by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry: single-laboratory validation. **Journal of AOAC INTERNATIONAL**, v **97(3)**, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.5740/jaoacint.12-399>
- BERNARDI, A. C.C.; CARMELLO, Q. A.C.; CARVALHO, S. A. Macronutrientes em mudas de citros cultivadas em vasos em resposta à adubação NPK. **Scientia Agricola**, **57(4)**, 2000. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0103-90162000000400026>

- BUCHER, C. A. *et al.* Fósforo. In: FERNANDES, M. S. *et al.* **Nutrição mineral de plantas**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2018. p. 401-405.
- CONSELHO REGIONAL DE QUÍMICA IV REGIÃO. **Espectrometria atômica – fundamentos e aplicações**, 2024. Disponível em <<https://www.youtube.com/live/--zRFenUGE0?si=VigA4JxauwUgWOaE>> Acesso em 21 jan. 2026.
- DECHEN, A. R.; NACHTIGALL, G. R. Elementos requeridos à nutrição de plantas. In: NOVAIS, R. F. *et al.* **Fertilidade do solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciencia do Solo, 2007. p. 92-106.
- ESTADOS UNIDOS. National Research Council (US) Subcommittee on Nitrate and Nitrite in Drinking Water. **Nitrate and Nitrite in Drinking Water – 5. Risk Characterization**. Washington DC: National Academies Press (US), 1995. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK231050/>. Acesso em 05 de fev. de 2026.
- HAMALOVÁ, M. *et al.* Determination of Phosphorus, Potassium, and Magnesium in Fertilizers by Inductively Coupled Plasma–Atomic Emission Spectroscopy and Comparison with Other Techniques. **Journal of AOAC INTERNATIONAL**, v **80(6)**, 1997. Disponível em: <https://doi.org/10.1093/jaoac/80.6.1151>
- HARRIS, D.C. **Análise química quantitativa**. 5.Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2001.
- HE, M. *et al.* Inductively coupled plasma optical emission spectrometry for rare earth elements analysis. **Physical Sciences Reviews**, v. 2, n. 1, 2017.
- HWANG, J. *et al.* Determination of phosphorus in foods by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). **Food Engineering Progress**, v **19(2)**, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.13050/foodengprog.2015.19.2.161>
- IRLANDA. Environmental Protection Agency – EPA. **Early insights into river nitrogen levels indicate an increase in the first half of 2025**. Wexford: EPA, 2025. Disponível em: <https://www.epa.ie/news-releases/news-releases-2025/early-insights-into-river-nitrogen-levels-indicate-an-increase-in-the-first-half-of-2025.php>. Acesso em 05 de fev. de 2026.
- KHAN, S.R. *et al.* Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES): a Powerful Analytical Technique for Elemental Analysis. **Food**

- Analytical Methods**, v 15, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s12161-021-02148-4>
- SANTOS, E. O.; MEDEIROS, P. R. P. Anthropic action and the eutrophization process in the Paraíba do Meio river. **Sociedade & Natureza**, [S. l.], v. 35, n. 1, 2023. DOI: 10.14393/SN-v35-2023-66441. Disponível em: <https://seer.ufu.br/index.php/sociedadennatureza/article/view/66441>. Acesso em: 9 feb. 2026.
- SHARP, B. L. Inductively coupled plasma spectrometry. In: SMITH, K. A. **Soil analysis : Modern instrumental techniques**. New York: Marcel Dekker, 1991. p. 63-109.
- SILVA, V. F. *et al.* **Adubação NPK**. 2024. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Técnico em Química) - Escola Técnica Estadual Professor Carmelino Corrêa Júnior, Franca, 2024.
- SKOOG, D.A; HOLLER, F.J.; NIEMEN, T.A. **Princípios de análise instrumental**. 5.Ed. Porto Alegre: Bookman, 2002.
- SOARES, R. *et al.* Comparação de métodos convencional e alternativo para determinação de sódio, potássio e fósforo em extratos de solos obtidos com solução de mehlich-1. **Revista Brasileira De Ciência Do Solo**, v 36(1), 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-06832012000100012>
- RAIJ, B. V. **Fertilidade do solo e manejo de nutrientes**. Piracicaba: IPNI, 2011.
- SOUZA, S. O. *et al.* Simultaneous determination of macronutrients, micronutrients and trace elements in mineral fertilizers by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v 96, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.sab.2014.03.008>
- THERMO FISHER SCIENTIFIC. **The analysis of nitrogen, other nutrient and toxic elements in fertilizers using the Thermo Scientific iCAP 7400 ICP-OES**. Bremen, 2017. Disponível em: <https://documents.thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/an-40833-icp-oes-nitrogen-nutrients-toxic-elements-fertilizers-an40833-en.pdf>. Acesso em: 22 jan. 2026.
- YANG, J. *et al.* Determination of phosphorus in soil by ICP-OES using an Improved Standard Addition Method. **Journal of Analytical Methods in Chemistry**, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2018/1324751>



YANG, W. M. *et al.* Determination of phosphorus in fertilizers by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. **Journal of AOAC INTERNATIONAL**, v **85(6)**, 2002. Disponível em: <https://doi.org/10.1093/jaoac/85.6.1241>