Desenvolvimento da técnica LIBS visando à determinação de macro e micronutrientes em folhas de laranja.

Marcos S. Gomes* (PG)^{1,2}, Gabriel G. A. Carvalho (PG)², Lidiane C. Nunes (PG)^{1,2}, Dário Santos Jr (PQ)³, Francisco J. Krug (PQ)²

*caco_sg@yahoo.com.br

1. Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, Rodovia Washington Luiz Km 235, São Carlos/SP.

2. Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA), Laboratório de Química Analítica, Av. Centenário 303, Piracicaba/SP.

3. Universidade Federal de São Paulo, Rua Professor Arthur Riedel 275, Diadema/SP.

Palavras Chave: LIBS, análise de plantas, macronutrientes e micronutrientes.

Introdução

A determinação de nutrientes inorgânicos em tecidos vegetais é importante para avaliar o estado nutricional de culturas de interesse econômico. A partir do conhecimento das concentrações dos elementos nas folhas de plantas, é possível definir a melhor estratégia para corrigir eventuais deficiências que podem interferir na produção e qualidade de vegetais. Neste trabalho, a técnica LIBS foi avaliada para determinação de macro e micronutrientes em folhas de laranjeiras.

Materiais e Métodos

As folhas de laranjeiras foram lavadas, secas e moídas criogenicamente por 30 min. As pastilhas foram preparadas em prensa hidráulica aplicando-se 8,0 ton/cm² durante 5 min. Dez espectros de emissão foram coletados em cada amostra em diferentes regiões das pastilhas após ablação com laser Q-Switched Nd:YAG (1064 nm, 5 ns, 10 Hz). A Figura 1 mostra o esquema do espectrômetro LIBS.

Figura 1 - Esquema do espectrômetro LIBS.

A radiação emitida pelo plasma foi coletada por um arranjo óptico com lentes de sílica fundida ($f = 50$ e 125 mm) e focalizada na entrada da fibra óptica do espectrômetro Echelle (ESA3000, LLA) equipado com detector ICCD. A energia do laser de 110 mJ e tempo de integração de $4,5 \mu\text{s}$ foram previamente otimizados. As variáveis estudadas foram números de pulsos acumulados (5 a 25) e tempo de atraso para aquisição do sinal (1 a 4 μs).

Resultados

As intensidades dos sinais de emissão aumentaram significativamente até 20 pulsos de laser acumulados. Para 25 pulsos de laser houve saturação dos sinais de emissão.

A Figura 2 mostra um fragmento do espectro de emissão obtido após ablação em diferentes tempos de atraso. As melhores razões sinal/ruído foram obtidas com 2 μs de atraso entre a incidência dos pulsos de laser na amostra e o início da integração dos sinais de emissão. Após 2 μs de atraso houve uma diminuição significativa dos sinais devido ao esfriamento do plasma.

Figura 2 - Intensidade de emissão de Fe e Mn em diferentes tempos de atraso de aquisição do sinal.

Os limites de detecção, geralmente encontrados para tecidos vegetais, são adequados para diagnose foliar: B (0,56 mg/kg); Fe (1,3 mg/kg); Mn (0,5 mg/kg); Zn (1,9 mg/kg); P (0,02 g/kg); K (0,3 g/kg); Ca (0,08 g/kg); Mg (0,03 g/kg).

Conclusões

A avaliação dos espectros de emissão mostrou a viabilidade do sistema óptico proposto e da técnica LIBS para determinação de macro e micronutrientes em folhas de laranja.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e FAPESP.