

# Digestão ácida assistida por radiação micro-ondas seguida de neutralização com $\text{NH}_3$ para a determinação de Si em folhas de cana-de-açúcar

Maciel S. Luz (PG)<sup>1\*</sup>, Gislayne A. Kelmer (PG)<sup>1</sup>, Paulino F. de Souza (PG)<sup>2,3</sup>, Pedro V. Oliveira (PQ)  
\*maciel@iq.usp.br

<sup>1</sup> Instituto de Química - Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, 05508-000, São Paulo-SP, Brasil

<sup>2</sup> Centro de Energia Nuclear na Agricultura - Universidade de São Paulo, 13416-000 Piracicaba-SP, Brasil,

<sup>3</sup> Centro de Tecnologia Canavieira, PO Box 162, 13400-970 Piracicaba-SP, Brasil

Palavras Chave: Determinação de silício, digestão ácida, micro-ondas, cana-de-açúcar, preparo de amostra.

## Introdução

Silício tem papel importante nas relações planta-ambiente, pois pode fornecer às culturas melhores condições para suportar adversidades climáticas, edáficas e biológicas, com aumento de resistência ao ataque de pragas e doenças e produtividade<sup>1</sup>. Portanto, Si é um elemento benéfico às plantas e considerado um micronutriente. Em geral, no preparo de amostras para a determinação de Si em plantas recomenda-se fusão/digestão alcalina, extração com HF, entre outros procedimentos. A digestão ácida convencional é evitada devido à baixa solubilidade das espécies de silício nesse meio. Desta forma, neste trabalho foi investigado o uso de digestão ácida seguida de neutralização do digerido para determinação de Si em folhas de cana-de-açúcar por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

## Resultados e Discussão

Amostras de folhas de cana-de-açúcar foram secas e moídas criogenicamente. Massas (~100 mg) das amostras foram pesadas nos frascos de polipropileno do forno de micro-ondas (Multiwave 3000, Anton Paar), com adição de 2 mL  $\text{HNO}_3$  (14 mol  $\text{L}^{-1}$ ) + 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30 % m  $\text{v}^{-1}$ ) + 3 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Após digestão, o volume foi completado para 10 mL com água deionizada, sendo observada formação de precipitado branco nas soluções. As amostras foram homogeneizadas e separadas em duas frações de 5 mL. Uma das frações foi centrifugada a 3000 rpm, por 30 min e o sobrenadante separado (Fração A). O precipitado remanescente foi dissolvido com 5 mL de 1,4 mol  $\text{L}^{-1}$   $\text{NH}_4\text{OH}$  (Fração B). A outra fração foi neutralizada com 5 mL de 1,4 mol  $\text{L}^{-1}$   $\text{NH}_4\text{OH}$  (Fração C). Foi utilizado um ICP OES (modelo iCAP 6300, Thermo Electron Corporation®). O equipamento foi otimizado e nas melhores condições foram obtidas curvas analíticas de calibração (1–100 mg  $\text{L}^{-1}$  de  $\text{SiCl}_4$  em 0,9% m/v NaOH) em diferentes linhas de emissão nos seguintes meios: (a)  $\text{HNO}_3$  1,4 mol  $\text{L}^{-1}$ , (b)  $\text{HNO}_3$  1,4 mol  $\text{L}^{-1}$  +  $\text{NH}_3$  1,4 mol  $\text{L}^{-1}$  e (c)  $\text{NH}_3$  1,4 mol  $\text{L}^{-1}$ .

Os obtidos resultados apresentaram diferentes sensibilidades, indicando perdas de Si em meio ácido e recuperações em meio de  $\text{NH}_3$  (Tabela 1).

As Frações A, B, e C foram analisadas por ICP OES e os resultados foram comparados com aqueles obtidos por espectrometria de emissão ótica com plasma induzido por laser (LIBS) (Tabela 2).

Tabela 1. Parâmetros das curvas de calibração

| Linha (nm) | $\text{HNO}_3 + \text{NH}_3$ |       | $\text{HNO}_3$ |       | $\text{NH}_3$ |       |
|------------|------------------------------|-------|----------------|-------|---------------|-------|
|            | a*                           | b**   | a*             | b**   | a*            | b**   |
| 221,6      | 1073                         | 3745  | 953,6          | 739,2 | 1124          | 3663  |
| 250,6      | 947,2                        | 3263  | 931,4          | 516,9 | 1152          | 3242  |
| 251,6      | 5290                         | 21568 | 4937           | 3592  | 5741          | 18530 |
| 252,8      | 2459                         | 8688  | 2262           | 1510  | 2713          | 7896  |
| 288,1      | 3737                         | 15143 | 3612           | 2628  | 4332          | 13093 |
| 390,5      | 326,8                        | 1256  | 306,3          | 316   | 370           | 1229  |

\* coeficiente angular; \*\* coeficiente linear

Tabela 2. Resultados das análises das amostras

| Amostra | Det. por ICP OES (% m $\text{m}^{-1}$ ) | Det. por LIBS (% m $\text{m}^{-1}$ ) | Rec. (%) |
|---------|-----------------------------------------|--------------------------------------|----------|
| 1       | 0,31 ± 0,01                             | 0,34                                 | 91       |
| 2       | 0,71 ± 0,01                             | 0,88                                 | 81       |
| 3       | 0,39 ± 0,01                             | 0,41                                 | 95       |

As concentrações de Si nas amostras em meio ácido (Fração A) variaram de 32-66% em relação ao total esperado. A massa de Si encontrada na Fração A somada àquela determinada na Fração B, corresponde ao valor total esperado (Fração C).

## Conclusões

O método proposto é inédito no preparo de amostras para determinação de Si, simples e pode ser utilizado como alternativa aos métodos tradicionais. A digestão com ácido diluído evitou a excessiva diluição da solução da amostra.

## Agradecimentos

IQ-USP, CAPES, CNPq e INCTAA

<sup>1</sup> Luz, P.H.C., Faria, L.A., Macedo, F.B., Herling, V.R., Sanches, A.B., Rodrigues, R.S., R. Bras. Zootec. **2011**, 40, 1458.