

## ROTEIRO DA PRÁTICA 6 A

### Decomposição de material agrônômico em forno de microondas com cavidade empregando ácidos diluídos

**Coordenadores:** Dr. Camilo Pirolla, Dra. Ana Rita de Araújo Nogueira (EMBRAPA-SP), Dra. Maria das Graças A. Korn (UFBA)

**Monitores:** Fabiane Goldschmidt (UFSM)


#### Resumo

Para a determinação dos teores de elementos individuais em amostras agrônômicas normalmente é necessária a transformação dos elementos de interesse da matriz orgânica carbonácea em uma forma inorgânica simples. A grande maioria das técnicas analíticas exige que o analito esteja dissolvido em meio líquido. Na escolha de um método ideal para a decomposição de uma amostra, deve-se sempre ter em mente quais os resultados esperados - como teores aproximados dos analitos e a sensibilidade da técnica que se deseja empregar. O método deve ser capaz de disponibilizar completamente o elemento de interesse; ser rápido; os reagentes não devem atacar o recipiente onde é feita a reação, evitando-se as perdas por adsorção e/ou absorção e não conter contaminantes que possam vir a interferir nos resultados. O procedimento adotado deve apresentar o mínimo de insalubridade e periculosidade.

A redução dos volumes de reagentes é atrativa devido à possibilidade de minimização da quantidade de resíduos gerados, redução nos custos, obtenção de menores valores de branco e digeridos mais apropriados para introdução por nebulizadores em equipamentos de análise. A decomposição de amostras empregando soluções ácidas diluídas e reduzidos volumes de  $H_2O_2$  é possível em função das altas pressões e temperaturas obtidas nos fornos com radiação microondas que operam com sistemas fechados. Soluções diluídas de  $HNO_3$  têm sido empregadas com sucesso na digestão de plantas em procedimentos assistidos por aquecimento microondas, resultando em baixos valores de branco, desvios padrão e carbono orgânico residual [1-6].

Soluções de  $HNO_3$  concentrado, quando aquecidas em sistemas fechados, têm como principal produto de decomposição o  $NO_2$ , ao passo que o  $NO$  é o principal produto de decomposição quando soluções de  $HNO_3$  diluídas são empregadas. O  $NO$  reage em atmosfera oxidante, ocasionando a formação de  $NO_2$ , que reage com água, gerando os produtos  $HNO_3$  e  $HNO_2$ . Esse ácido nitroso se decompõe levando a formação de  $NO$  novamente, iniciando uma reação em cadeia, como demonstra a equação a seguir [7,8]. Essa pode ser uma possível explicação para o fato da obtenção de resultados satisfatórios

PROCI-2006.00174  
PIR  
2006  
SP-2006.00174

Decomposição de material  
2006  
SP-2006.00174  
  
16593-1

quando se emprega HNO<sub>3</sub> diluídos em decomposições de materiais biológicos.

Tabela 1. Parâmetros operacionais do Forno de Microondas com cavidade.

Etapa	Potência W	Temperatura	Tempo
1	250	$2 \text{ NO(g)} + \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{ NO}_2\text{(g)}$	
2	0	$2 \text{ NO}_2\text{(g)} + \text{H}_2\text{O(l)} \rightarrow \text{HNO}_3 + \text{HNO}_2$	
3	350	$\text{HNO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NO}_2 + \text{NO}$	
4	450	210	
4	Vari		

O forno de microondas que será empregado neste experimento (ETHOS 1600, Milestone) foi projetado de acordo com as normas de segurança para uso específico em laboratório. A amostra é colocada em meio ácido em frascos de TFM<sup>®</sup> que, após serem cuidadosamente fechados e vedados, são submetidos a altas pressões (20-25 atm) e altas temperaturas (180°C) para total solubilização da amostra.

## EXPERIMENTAL

### 1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Capela de exaustão resistente a ácidos oxidantes
- Forno de microondas com controladores de pressão e temperatura.
- Balança analítica
- Frascos de TFM<sup>®</sup>
- Vidriarias (Pipetas, balões volumétricos, etc).

### 2. REAGENTES E AMOSTRAS

- amostras de plantas.
- Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, na concentração 2,0 mol L<sup>-1</sup>
- Peróxido de hidrogênio, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 % (m/v)

**ATENÇÃO: Lembre-se que você está manuseando ácidos. Use os equipamentos de proteção individual: óculos, avental e luvas.**

### 3. PROCEDIMENTOS

- Pesar aproximadamente 250 mg de amostra previamente seca (65°C por 48 a 72 h) e moída e transferi-las para os frascos de TFM<sup>®</sup> do microondas.
- Adicionar 5,0 mL de HNO<sub>3</sub> 2,0 mol L<sup>-1</sup>
- Acrescentar 2,0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% (m/v)
- Se necessário, deixar as misturas em repouso por alguns minutos até que diminuam eventuais reações com a amostra.
- Colocar os discos de segurança, fechar os frascos e colocá-los no carrossel.
- Programar a rampa de aquecimento conforme o programa (Tabela 1), iniciar a digestão.
- Esfriar, transferir a solução para balão volumétrico (25 a 100 mL) e completar o volume



com H<sub>2</sub>O.

**Tabela 1.** Parâmetros operacionais do Forno de Microondas com cavidade.

Etapa	Potência W	Temperatura °C	Tempo Min
1	250	120	1,5
2	0	-	1,5
3	350	180	5,0
4	450	210	5,0
4	Vent	-	5,0

**Obsevações:**

1. A proporção amostra/ácido e o programa de aquecimento são estabelecidos de acordo com a amostra e em função das características específicas do forno de microondas utilizado.
2. Os frascos empregados são construídos de material que não absorve energia das microondas e resiste aos ácidos oxidantes a quente.
3. Em amostras com altos teores de sílica poderá ser utilizado ácido fluorídrico.
4. A diluição dependerá da concentração do analito na amostra para se atingir a concentração necessária dentro da faixa analítica da técnica instrumental utilizada.

**VANTAGENS**

- a) Método rápido e preciso
- b) Menor consumo de reagentes
- c) Mínima contaminação
- d) Não há desprendimento de gases e vapores tóxicos
- e) Não há perda de analitos por volatilização
- f) Temperatura e pressão de trabalho mais elevadas

**LIMITAÇÕES**

- a) Segurança
- b) Número reduzido de amostras por análise
- c) Limitação na massa de amostra (máximo 0,5 g)
- d) Possíveis efeitos de memória (devido à porosidade do frasco)
- e) Necessidade de resfriamento antes da abertura do frasco.

**4. REFERÊNCIAS**

1. Araújo, J.C.L., Gonzalez, M.H., Ferreira, A.G., Nogueira, A.R.A., Nóbrega, J.A., *Spectrochim. Acta B*, 57(12) 2121-2132, 2002.
3. Chao, Y.Z.; Wong, M.K.; Koh, L.L. Wee, Y.C. *J. Anal. Atom. Spectrom.*, 11:585, 1996.
2. Gouveia, S.T., Silva, F.V., Costa, L.M., Nogueira, A.R.A., Nóbrega, J.A. *Anal. Chim. Acta*, 445, 269-275 (2001).
4. Kubrakova, I.V.; Formanovskii, A.A.; Kudinova, T.F. Kuz'min, N.M. *J. Anal. Chem.*, 54:460, 1999.
5. Würfels, M, Jackwerth, E. *Anal. Chim. Acta*, 226:1, 1989.
6. Würfels, M, Jackwerth, E. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 322:345, 1985.
7. Negrásov, B.V., Química General, 4th ed., Mir, Moscow, 1981, p. 293-304.
8. Lee, J., D. Química Inorgânica não tão concisa. 5 ed. Inglaterra, p. 250-255, 1996.

**Responsáveis: Ana Rita A. Nogueira e Maria das Graças A. Korn**