

EXTRAÇÃO DA FRAÇÃO HUMINA E ANÁLISE ESPECTROSCÓPICA POR RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN) DE ^{13}C

Song, Guixue¹, Novotny, Etevlino H.^{*1,2,3}, Hayes, Michael H.B.², Bonagamba, Tito J.³, deAzêvedo, Eduardo R.³
**etelvino@cnpq.embrapa.br*

¹Department of Chemical and Environmental Sciences, University of Limerick, Ireland; ²Embrapa Solos;

³Instituto de Física de São Carlos-USP

Palavras Chaves: humina, ressonância magnética nuclear, extratores

A fração humina é a menos estudada das frações húmicas do solo principalmente pelas dificuldades na sua extração e purificação, entretanto ela é a fração predominante em solos minerais, correspondendo tipicamente a mais do que 50% da matéria orgânica do solo sendo a sua fração mais recalcitrante. Ela é insolúvel em água a qualquer valor de pH permanecendo assim intimamente associada à fração mineral após a extração exaustiva com soluções aquosas básicas.

Para a obtenção da fração humina, numa forma representativa, inalterada e adequada para a análise espectroscópica por ^{13}C -RMN, utilizou-se um sistema de solventes designado para romper ligações de hidrogênio e solvatar compostos menos polares. As amostras de solo testadas foram provenientes de um experimento de incubação de palha de milho conduzido na Universidade de Limerick - Irlanda.

A solução aquosa de Uréia 6 Mol L⁻¹ + NaOH 0,1 Mol L⁻¹ (Uréia) é um excelente sistema para dissolver material húmico rompendo ligações de hidrogênio, tanto intra como intermoleculares, e dimetilsulfóxido é um solvente extremamente penetrante e hábil para romper ligações de hidrogênio, especialmente quando associado ao ácido sulfúrico concentrado (DMSO/H₂SO₄). O resíduo após essa extração sequencial foi tratado, repetidas vezes, com uma solução de ácido fluorídrico a 10%.

Visando verificar se os extratores utilizados causam alguma alteração na matéria orgânica do solo, utilizou-se amostras de lignina, celulose e amido tratadas com os extratores. Não se observou alterações significativas. Entretanto, em algumas amostras de huminas extraídas com Uréia observou-se a contaminação por uréia (sinais de ^{13}C RMN na região de 162-151 ppm - Figura 1A).

O material extraído pela Uréia é semelhante aos ácidos húmicos do mesmo solo (Figura 1A), mas com maiores quantidades de grupos alquílicos (46-0 ppm) e aromáticos (143-112 ppm). O DMSO/H₂SO₄ extraiu predominantemente material alquílico (46-0 ppm), estes sinais, associados aos sinais de grupos carboxílicos, indicam que a natureza das huminas seja principalmente de ácidos graxos de origem vegetal e microbiana, tais como lipídios, lipoproteínas, ceras e cutina. Assim sendo, a recalcitrância e dificuldade de extração dessa fração provavelmente esteja associada ao caráter hidrofóbico e elevada capacidade de interação, via ligações de hidrogênio, desse material com a fração argila. Sinais típicos de carboidratos, aminoácidos e lignina também são observáveis nessa fração. A humina residual, obtida após eliminação dos silicatos pelo tratamento com HF 10%, é muito semelhante à fração extraída com DMSO/H₂SO₄ indicando que o extrator é não seletivo (Figura 1B).

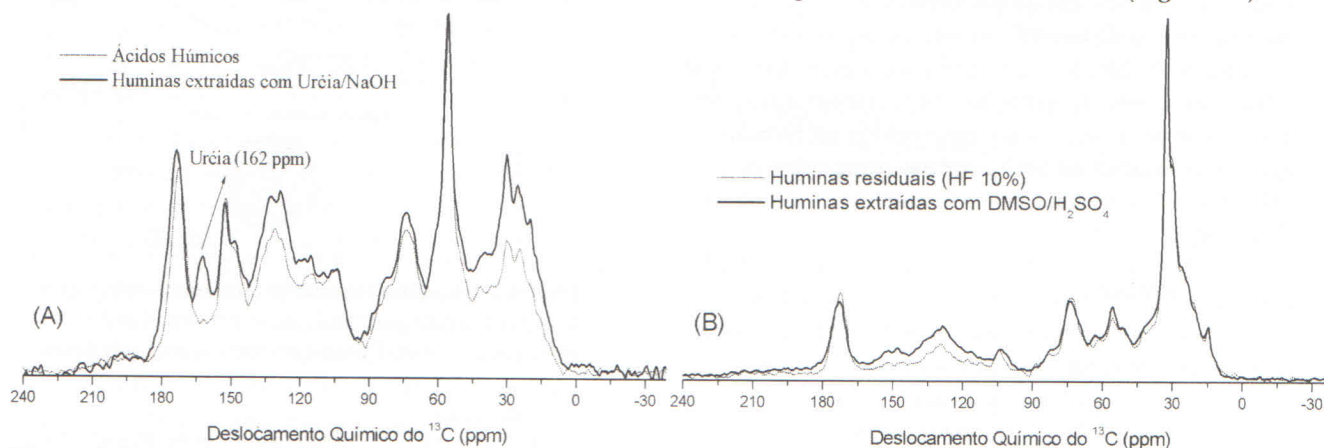


Figura 1. Espectros de ^{13}C -RMN (polarização cruzada com rotação em torno do ângulo mágico)

AGRADECIMENTOS: ao Irish Research Council for Science, Engineering and Technology (IRCSET) pelo suporte financeiro.