

TA 003

ESTRATÉGIA PARA EVITAR A FORMAÇÃO DE SAIS INSOLÚVEIS DE FLUORETO EM DECOMPOSIÇÃO ASSISTIDA POR MICROONDAS

**Marcos Y. Kamogawa (PG)^{1,2}, Edivan C. Vieira(PG)^{1,2}, Sherlan G. Lemos(PG)^{1,2},
Joaquim A. Nóbrega(PQ)¹ e Ana Rita A. Nogueira (PQ)²**

Grupo De Análise Instrumental Aplicada – Gaia

¹Dep. de Química - Universidade Federal de São Carlos - São Carlos - SP

²Embrapa Pecuária Sudeste - São Carlos – SP, anarita@cnpse.embrapa.br

Palavras chave: decomposição de solo, radiação MW, frascos fechados

Procedimentos de decomposição assistidos por radiação microondas geralmente possibilitam uma drástica redução no tempo envolvido para o preparo de amostras. Para amostras inorgânicas freqüentemente a mistura digestora é composta por uma combinação de ácidos concentrados visando aperfeiçoar a eficiência de decomposição. Assim, a mistura dos ácidos nítrico e fluorídrico em frascos reacionais fechados tem sido utilizada eficientemente para a decomposição de materiais foliares, solos, materiais geológicos e tecnológicos. O uso do ácido nítrico confere poder oxidante à mistura, por sua vez o ácido fluorídrico é fundamental para decomposição de compostos silicatados. Entretanto, para amostras contendo elevados teores de Ca (II) e Mg (II) geralmente ocorre a formação de sais insolúveis com fluoreto após o resfriamento do digerido. Neste trabalho foi desenvolvido um procedimento para a decomposição de solo (SRM 2709, NIST). O procedimento envolve a decomposição de 100 mg de amostra com uma mistura composta por 2 ml de HNO₃ e 1 ml de H₂O₂, ambos concentrados. A decomposição foi conduzida em frascos fechados com aquecimento assistido por radiação microondas. O programa de aquecimento foi implementado em 35 min. Após resfriamento, os compostos silicatados precipitados foram separados por centrifugação (3 min 2000 rpm). O precipitado foi dissolvido á temperatura ambiente adicionando-se 1 ml de HF concentrado e, em seguida, adicionou-se 400 mg H₃BO₃. A solução resultante foi acrescentada ao sobrenadante (fase líquida do digerido), e o volume foi ajustado para 10 ml com água desmineralizada. A medida dos analitos foi feita por espectrometria de emissão ótica com plasma induzido (ICP-OES). A separação do precipitado e do sobrenadante evitou a formação de sais insolúveis de fluoreto. Dessa forma, com uma única etapa de aquecimento foi possível implementar um procedimento rápido para a decomposição total de solos. Os valores determinados por ICP-OES e os valores certificados foram concordantes para um nível de confiança de 95%.