

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL EM AMOSTRA VEGETAL PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO COM DIFERENTES VOLUMES DE ÁCIDO SULFÚRICO

DETERMINATION OF TOTAL ORGANIC CARBON CONTENT IN VEGETABLE SAMPLES BY VOLUMETRIC METHOD WITH DIFFERENT VOLUMES OF SULFURIC ACID

Emmanoella Costa Guaraná Araujo¹, Thiago Cardoso Silva², José Benjamin Machado Coelho³, Egídio Bezerra Neto⁴, Levy Paes Barreto⁵

^{1, 2} Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil – manugarana@gmail.com & thiagocardoso.pe@gmail.com

^{3, 4, 5} Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brasil – jbencoelho@gmail.com, egidiobezerra.neto@gmail.com & levy.paes@ufrpe.br

RESUMO

É imprescindível aprimorar e adaptar os métodos de determinação de carbono, para reduzir os custos e o descarte desnecessário de resíduos químicos. Com objetivo de reduzir o custo da operação e o descarte de ácido sulfúrico, que pode causar contaminação ambiental, o trabalho testou diferentes concentrações do ácido para observar se existia diferença significativa entre os teores de carbono determinados por diferentes volumes de ácido sulfúrico. Para tanto foi utilizada 0,1 g de amostra seca de madeira de juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.), digerida em ácido sulfúrico e dicromato de potássio, aquecida em bloco digestor e titulada com solução de sulfato ferroso amoniacal 0,5 N. Como a metodologia tomada como referência utiliza 40 mL do ácido sulfúrico P.A., este volume foi adotado como testemunha e os demais tratamentos foram 10 mL, 20 mL e 30 mL, com cinco repetições para cada volume. O cálculo estatístico foi realizado por meio da análise de variância (ANOVA) e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade. Como padrão de comparação foi utilizada a glicose por apresentar teor de carbono conhecido. Observou-se que os diferentes volumes de ácido não apresentaram diferença significativa, o que indica a viabilidade de utilização de 10 mL para análise e uma redução de 75% do material químico.

PALAVRAS-CHAVE: Carbono em amostra vegetal, Eficiência metodológica, Métodos de determinação do carbono.

ABSTRACT

In order to reduce the cost of operation and the disposal of sulfuric acid, which can cause environmental contamination, the work tested different acid concentrations to see if there was significant difference between the carbon levels determined using different volumes of sulfuric acid. For this purpose, 0.1 g of dried sample of juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) wood, digested in sulfuric acid and potassium dichromate, heated in a digester block and titrated with 0.5 N ammonium ferrous sulfate solution were used. As the reference methodology uses 40 mL of the sulfuric acid P.A., this volume was adopted as control and the other treatments were 10 mL, 20 mL and 30 mL, with five replicates for each volume. Statistical analysis was performed using analysis of variance (ANOVA) and the means compared by the Tukey test at 5% of probability. As a standard of comparison, glucose was used because it had a known carbon content. It was observed that the different volumes of acid presented no significant difference, indicating the feasibility of using 10 mL for analysis and a 75% reduction of the chemical material.

KEYWORDS: Carbon in vegetable sample, Methodological efficiency, Carbon determination methods.

INTRODUÇÃO

Como as florestas são responsáveis por cerca de 80% do carbono total armazenado na da vegetação terrestre (HU et al., 2015), os resultados de estudos acerca do carbono estocado na biomassa vegetal são imprescindíveis para o manejo e conservação, com intuito de entender as consequências do desmatamento desordenado mitigando seus efeitos adversos.

A vegetação apresenta grande contribuição na captura e armazenamento de carbono (TAIZ et al., 2017), sem contar que é o principal local de realização de fotossíntese, sendo vital para a manutenção da vida no planeta, por ser utilizada como fonte de alimento e energia, além do oxigênio liberado para respiração dos demais seres vivos (BONONI, 2015).

A determinação de carbono em tecidos vegetais pode ser realizada de várias formas, dentre elas a análise volumétrica, baseada na oxidação da matéria orgânica, quando em contato com ácido sulfúrico e dicromato de potássio, e posterior titulação para dosagem, com solução padrão de sulfato ferroso amoniacal (BEZERRA NETO & BARRETO, 2011). De acordo com Vaz Júnior (2015), em condições ideais, a reação da análise deve coincidir com os valores obtidos por estequiometria de um composto com teor conhecido do elemento, para calibração dos cálculos.

Para este tipo de estudo são utilizadas amostras vegetais de qualquer espécie ou partes da planta, sendo avaliados os teores de carbono em biomassa seca e serapilheira (FREIRE et al., 2010a; FREIRE et al., 2010b; HOLANDA et al., 2015; GALVÃO et al., 2017; SILVA et al., 2018), não importando a espécie a ser utilizada para padronização dos métodos.

Com objetivo de reduzir o custo da operação e o descarte de ácido sulfúrico, que pode causar contaminação ambiental, o trabalho testou diferentes concentrações do ácido para observar se existia diferença significativa entre os teores de carbono determinados por diferentes volumes de ácido sulfúrico.

MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho foi realizado no Laboratório de Bioquímica Vegetal da Universidade Federal Rural de Pernambuco LBV/UFRPE. Utilizou-se no experimento amostras de madeira de juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.), previamente secas ao ar e moídas em moinho do tipo Willey, passadas em peneira de 2 mm e preservada em frasco de vidro hermeticamente fechado até o momento das análises.

O teor de umidade da amostra foi determinado pela

metodologia de Bezerra Neto & Barreto (2011), onde foram adicionados cerca de 5,0 g de amostra em pesa-filtros previamente secos em estufa e tarados, que em seguida foram levados à estufa de aeração forçada a 135°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) por uma hora. Depois de seco, o material foi colocado em dessecador para tomar temperatura ambiente, e depois o pesa-filtro com a amostra seca foi pesado. Também foram determinados os teores de umidade em glicose P.A. para posterior calibração do método de determinação dos teores de carbono orgânico total (COT). Foram realizadas cinco repetições para cada material.

Para determinação dos teores de COT em tecido vegetal pelo método volumétrico foi empregada a metodologia proposta por Bezerra Neto & Barreto (2011), que utiliza 40,0 mL de ácido sulfúrico, sendo esta quantidade considerada a testemunha.

Foi pesado 0,1 g da amostra pré-seca em tubos de digestão, e em seguida, adicionou-se 20,0 mL de dicromato de potássio 1 N e, com o objetivo de determinar se haveria diferença significativa entre as diferentes concentrações, acrescentou-se em diferentes tubos 10,0 mL, 20,0 mL, 30,0 mL e 40,0 mL de ácido sulfúrico concentrado. Os tubos foram tampados e levados para aquecimento em fervura branda por cinco minutos em bloco digestor, numa temperatura de $\pm 105^\circ\text{C}$.

Depois de aquecidos, os tubos foram suavemente agitados por um minuto e deixados em repouso por 30 minutos. Em seguida, o material foi transferido quantitativamente para erlenmeyers de 500 mL com o auxílio de 200 mL de água destilada. Em cada erlenmeyer foram adicionados 10,0 mL de ácido fosfórico concentrado e 1,0 mL de difenilamina. O excesso do oxidante foi titulado com solução de sulfato ferroso amoniacal 0,5 N, até viragem da cor púrpura para verde.

Foram realizadas cinco repetições para cada volume de ácido sulfúrico, e para o teste com glicose. O cálculo estatístico foi realizado por meio da análise de variância (ANOVA) e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey, ao nível de 95% de probabilidade, utilizando o programa RStudio®. Os dados apresentaram normalidade pelo teste de Shapiro-Wilk e homogeneidade pelo teste de Cochran, ao nível de 95% de probabilidade.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Assim, pode-se realizar a estimativa dos teores de carbono na amostra de madeira de juazeiro e glicose, observando se o volume de ácido sulfúrico concentrado aplicado interfere nos resultados obtidos nas análises

laboratoriais (Tabela 1).

Tabela 1. Teores de carbono na madeira de juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) pelo método volumétrico, observando a quantidade de ácido sulfúrico concentrado aplicado.

Amostra	VH ₂ SO ₄ (mL)	Teores médios de C (%)	Desvio padrão (%)	CV (%)
Madeira de Juazeiro	10	40,3025 a	0,4950	1,2281
	20	40,7857 a	0,4629	1,1349
	30	39,5584 a	1,2050	0,4767
	40	39,5360 a	1,8738	4,7396

Médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si pelo Teste de Tukey, ao nível de 95% de probabilidade.

O método volumétrico é um dos mais usados para determinar os teores de carbono orgânico total em solo, pois apresenta simples execução, boa exatidão e não necessita do uso de equipamentos especializados (GATTO et al., 2009), e mostra-se bastante eficiente para determinação de carbono orgânico total em amostras vegetais. Um dos maiores problemas desse método está na quantidade de reagentes necessária para sua execução (SAMPAIO et al., 2012).

De acordo com os princípios da Química Verde, que visa a redução de impactos gerados no meio ambiente e sobre a saúde humana e animal, as análises químicas devem seguir princípios como a prevenção da geração de resíduos no final dos processos, ao invés de tratá-los, e desenvolvimento de novas metodologias limpas (ANASTAS & WARNER, 1998).

Como observado, não foi obtida diferença significativa entre os teores de carbono na madeira de juazeiro quando utilizados diferentes volumes de ácido sulfúrico (10,0 mL, 20,0 mL, 30,0 mL e 40,0 mL), sendo que ao utilizar 10,0 mL temos uma economia de três vezes menos no uso de ácido sulfúrico concentrado.

Segundo Parron et al. (2011), os valores de COT podem subsidiar as determinações da Demanda Biológica e da Demanda Química de Oxigênio (DBO e DQO, respectivamente) e, apesar de não serem atributos que não podem ser substituídos pelos teores de COT, a oxidação da matéria orgânica pelo ácido sulfúrico contribui para obter esses resultados. Portanto, uma redução de uso desse reagente pode gerar economia também para essas duas análises.

Outra problemática é a natureza química do resíduo, que pode ser alterada pelas condições ambientais e pelo tempo de acondicionamento (MACHADO & MÓL, 2008; SILVA et al., 2010). Muitas vezes os resíduos dos laboratórios não são encaminhados ao destino final de

imediate e ficam em reservatórios aguardando quantidade suficiente para destinação adequada.

Diversos trabalhos tem utilizado esta metodologia para determinação de COT em amostra vegetal (FREIRE et al., 2010a; FREIRE et al., 2010b; HOLANDA et al., 2015; GALVÃO et al., 2017; SILVA et al., 2018), onde seria possível economizar reagente e dinheiro, que poderiam ser revertidos para outras pesquisas.

Um único experimento que é capaz de consumir 300 litros de ácido sulfúrico para determinação de carbono em biomassa florestal, terá uma redução de 225 litros de material descartado e cerca de R\$ 9.000,00. Outro ponto é que a venda do ácido é controlada pela ANVISA, regulamentada na resolução nº 7 de 26/02/2009, e em muitos lugares cada CPF só permite a compra de 2 litros do material por mês, o que pode limitar o trabalho dos discentes.

Em relação à glicose, pode-se observar que os teores obtidos foram iguais a 40,0176%, sendo que de 180,0 g de glicose, 72,0 g é constituída por carbono, o que resulta num percentual de 40%. Portanto, atesta-se a eficiência do método volumétrico para análise de carbono orgânico total em amostra vegetal utilizando 10,0 mL de ácido sulfúrico concentrado para oxidação da matéria orgânica.

CONCLUSÃO

Os diferentes volumes de ácido sulfúrico concentrado não apresentaram diferença significativa na determinação do teor de carbono orgânico total em amostra vegetal, o que indica a viabilidade de utilização de 10,0 mL sem redução da eficiência do método volumétrico e uma redução de 75% na utilização desse reagente.

REFERÊNCIAS

- ANASTAS, P.T.; WARNER, J.C. **Green chemistry: theory and practice.** University Press, 1998.
- ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução nº 7, de 26 de fevereiro 2009.** Diário Oficial da União, Brasília, 2009. <https://www.diariodasleis.com.br/busca/exibelinck.php?numlink=210268>
- BEZERRA NETO, E.; BARRETO, L.P. **Análises químicas e bioquímicas em plantas.** Recife: Editora Universitária da UFRPE, 2011.
- BONONI, V.L.R. Controle ambiental de áreas verdes. In: PHILLIPI JUNIOR, A. et al. (Ed.). **Curso de Gestão Ambiental**, 2. ed. Manole, 2015. p. 515-561.
- FREIRE, J.L. et al. Decomposição de serrapilheira em bosque de sabiá na Zona da Mata de Pernambuco. **Revista Brasileira de**

Zootecnia, v.39, n.8, p.1659-1665, 2010a.

FREIRE, J.L. et al. Deposição e composição química de serrapilheira em um bosque de sabiá. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.39, n.8, p.1650-1658, 2010b.

GALVÃO, J.R. et al. Biomass and carbon stock in progenies of cupuaçuzeiros according to age. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, v.12, n.4, p.503-507, 2017.

GATTO, A. et al. Comparação de métodos de determinação do carbono orgânico em solos cultivados com eucalipto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.33, p.735-740, 2009.

HOLANDA, A.C. et al. Decomposição da serapilheira foliar e respiração edáfica em um remanescente de caatinga na Paraíba. **Revista Árvore**, v.39, n.2, p.245-254, 2015.

HU, H. et al. The stage-classified matrix models project a significant increase in biomass carbon stocks in China's forests between 2005 and 2050. **Scientific Reports**, v.5, n.1, p.1-7, 2015.

MACHADO, P.F.L.; MÓL, G.S. Resíduos e rejeitos de aulas experimentais: o que fazer? **Química Nova na Escola**, n.29, p.38-41, 2008.

PARRON, L.M. et al. **Manual de procedimentos de amostragem e análise físico-química de água**. Documentos, 232. Embrapa Florestas, 2011.

SAMPAIO, T.F. et al. Comparação entre métodos para determinação de carbono orgânico em amostras de solo mensuradas por volume ou massa. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.36, p.517-523, 2012.

SILVA, A.F. et al. Gestão de resíduos de laboratório: uma abordagem para o Ensino Médio. **Química Nova na Escola**, v.32, n.1, p.37-42, 2010.

SILVA, J.W.L. et al. Quantificação do acúmulo de biomassa e o estoque de carbono de clones de *Eucalyptus* spp. na Chapada do Araripe - PE. **Anais da Academia Pernambucana de Ciência Agrônômica**, v.15, n.1, p.147-158, 2018.

TAIZ, L. et al. **Fisiologia e desenvolvimento vegetal**. 6. ed. Artmed, 2017.

VAZ JÚNIOR, S. **Análise química da biomassa**. Embrapa Agroenergia, 2015.

Recebido em 10-07-2019 Aceito em 12-08-2019