

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE DIGESTÃO DE AMOSTRAS: VIA SECA, VIA ÚMIDA SISTEMA ABERTO E VIA ÚMIDA COM TUBOS DE PFA EM SISTEMA FECHADO.

DEL SANTO, V. R.¹; ALMEIDA, D. A. F.¹; SOUZA, G.B.¹

¹Embrapa Pecuária Sudeste
e-mail: gilberto@cnpq.br

A determinação dos teores de elementos químicos em amostras de plantas é feita por meio da transformação da matriz orgânica original em uma forma inorgânica simples, sendo que para isso o analito deve estar dissolvido em meio aquoso. Em razão da baixa solubilidade dos tecidos vegetais em meio aquoso, é necessária a decomposição desse tipo de amostra com agentes oxidantes fortes associados a elevadas temperaturas. Normalmente, a dissolução de plantas é realizada por um dos seguintes métodos: via seca (mediante alta temperatura de combustão) e via úmida (digestão em meio ácido). Deste modo, o método deve ser capaz de disponibilizar completamente o elemento de interesse, e os reagentes não devem atacar o recipiente em que será feita a reação. A presente proposta de trabalho tem como principal objetivo comparar um procedimento alternativo de digestão de amostras em tubos de perfluoroalcoxi (PFA) sob baixa pressão, com os métodos de rotina do laboratório de nutrição animal da Embrapa Pecuária Sudeste para análise quantitativa de macronutrientes e micronutrientes em amostras de alimento animal. O método, via seca, baseia-se na queima da fração orgânica da amostra, aproximadamente 500 mg, sendo pesada em cadinho de porcelana e incinerada em forno tipo mufla a uma temperatura entre 500 e 550 °C, por 3 horas e posteriormente, as cinzas (fração inorgânica) são solubilizadas com solução de ácido clorídrico ou nítrico a 1 molL⁻¹ e diluídos com água ultrapura em tubos Falcon[®] de 50 mL. O método, via úmida, compreende a decomposição de material vegetal, cerca de 500 mg de amostra, em tubos de vidro de borossilicato e por meio de mistura de ácido nítrico e ácido perclórico (4:1, v/v) sendo a amostra digerida em bloco digestor, atingindo temperatura 210°C por aproximadamente 120 min., sendo o extrato digerido diluído em tubos Falcon[®] de 50 mL. Para o método com tubos de PFA, pesou-se 500mg de amostra nos tubos, onde adicionou-se 4 mL de ácido nítrico concentrado. Os frascos foram fechados e deixados em repouso por cerca de 8 horas, após esse tempo, adicionou-se 1 mL de peróxido de hidrogênio 30% (v/v) e os frascos foram novamente deixados em repouso por período de aproximadamente 15 horas, posteriormente os tubos foram colocados em bloco digestor, em temperatura de 90 °C por 3 h em seguida foram diluídos em tubos Falcon[®] de 50 mL. A obtenção dos valores para macro e micronutrientes foi por meio da espectroscopia de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICPOES). Após a obtenção dos resultados comparou-se os métodos por meio da correlação de Pearson (r) e r², onde a comparação entre via seca e via úmida obteve-se 90 % de correlação e R² de 0,95 para 80 % dos analitos e para a comparação entre via úmida e via úmida em tubos de PFA, obteve - se, a mesma correlação e R². Observou-se que não há diferença significativa entre o método proposto (PFA) e o método aberto, exceto para 20 % dos analitos, mostrando a necessidade de outros estudos com maior número de amostras em replicatas, buscando a confirmação definitiva para a validação do método proposto.