

Comparação entre métodos de rotina: via seca e via úmida (sistema aberto) com via úmida em tubos de PFA (sistema fechado)

Alany Ingrid Ribeiro¹; Debora de Almeida;² Victor R. Del Santo²; Gilberto B. de Souza³

¹Aluna de graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, alanytribeiro@hotmail.com.br;

² Aluno de graduação Química, Universidade Camilo Castelo Branco, São Carlos, SP

²Aluno de graduação Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP;

³Analista A, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP

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, para isso o analito deve estar dissolvido em meio aquoso e em razão da baixa solubilidade das plantas é necessária a decomposição do material com agentes oxidantes ou altas temperaturas, para sua incineração e aumento da capacidade oxidante dos ácidos. 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 solubilizadas com ácido clorídrico ou nítrico a 1 molL⁻¹ e diluídos 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 borosilicato e por meio de ácido nítrico, ácido perclórico, ácido clorídrico ou a mistura desses com peróxido de hidrogênio (H₂O₂), além do auxílio de blocos digestores, atingindo temperaturas entre 200 a 400 °C por 4 horas e posteriormente são diluídas 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 para o 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, método fechado - PFA e o método aberto, exceto para 20 % dos analitos, mostrando a necessidade de outros estudos com maior número de amostras e replicatas, buscando a confirmação definitiva para a validação do método proposto.

Apoio financeiro: Embrapa (05.1008.002.0005).

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários.