

SISTEMA POLIVALENTE PARA DETERMINAÇÃO DE URÉIA E N-VOLÁTIL POR INJEÇÃO SEQUENCIAL

*Fernando V. Silva (PG)¹, Edilene C. Ferreira (PG)², Marcos Y. Kamogawa (PG)²,
Gilberto B. Souza (PQ)³, Ana Rita A. Nogueira (PQ)³*

¹*Instituto de Química de São Carlos, IQSC-USP, São Carlos SP*

²*Departamento de Química, UFSCar, São Carlos SP*

³*Embrapa, Pecuária Sudeste, São Carlos SP*

Palavras-chave: SIA, uréia, N-volátil.

Introdução

Diferentes parâmetros físicos e químicos estão estabelecidos para se efetuar uma avaliação qualitativa de materiais agrônômicos e produtos de origem animal. Dentre estes parâmetros, os teores de uréia em leite e N-volátil em silagem têm sido respectivamente empregados na avaliação do estado nutricional do gado e na estimativa da degradação proteica do material utilizado no processo de produção de silagem. Normalmente, procedimentos que requerem grande número de etapas de manipulação das amostras são empregados na determinação destes analíticos. Desse modo, a utilização de métodos analíticos que possam reduzir este inconveniente torna-se prontamente desejável.

Sistemas polivalente, propostos inicialmente para aplicação à análise por injeção em fluxo, apresentam como vantagem a não necessidade de mudança em sua configuração entre diferentes determinações. Proposta por Ruzicka & Marshall, a análise por injeção sequencial também traz embutida em seu conceito esta idéia. Esta baseada na interpenetração mútua entre as zonas de amostra e reagente(s) que são sequencialmente aspiradas para uma bobina de reação e na formação de um complexo gradiente de concentração onde o analito está transformado em uma espécie detectável. Diferentes combinações para amostra, reagente(s) e/ou detector (es) em torno da válvula multiporta podem ser facilmente obtidas, adaptando o sistema em desenvolvimento à um procedimento particular de análise ou possibilitando multideterminações em uma mesma configuração. Desse modo fica clara a versatilidade da técnica, inicialmente proposta com a finalidade de controlar e/ou monitorar processos industriais em linha.

Metodologia

As determinações de uréia em leite e nitrogênio amoniacal em silagem se basearam, respectivamente, na quantificação da amônia produzida após alcalinização em linha e reação enzimática empregando extrato bruto obtido a partir do feijão de porco (*Canavalia ensiformis* DC). O sistema de detecção baseou-se na utilização de eletrodo tubular seletivo ao íon amônio. Unidade de difusão gasosa foi acoplada à configuração

do sistema em fluxo de tal forma que as amostras puderam ser tratadas em linha e as interferências sobre a determinação potenciométrica, devido a presença de espécies inorgânicas não voláteis nas amostras, eliminadas.

Para aplicação do procedimento proposto, foi necessária a extração aquosa do N-volátil das amostras de silagem, enquanto que as amostras leite puderam ser diretamente introduzidas no percurso analítico do sistema.

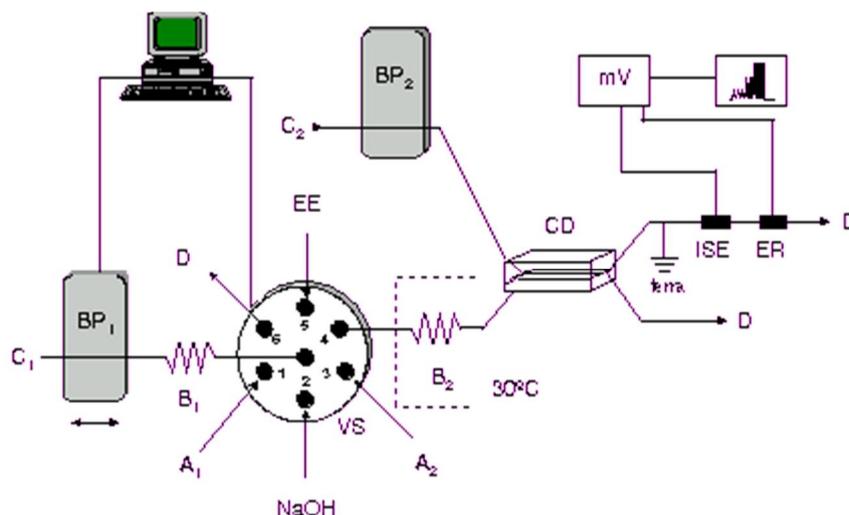


Figura 1. Sistema de análise por injeção seqüencial proposto para determinação de uréia e N-amoniacal. A₁ e A₂, amostra de leite e de silagem (900 e 150 ml, respectivamente); NaOH, solução 0,50 mol l⁻¹ (300 ml); e EE, extrato enzimático (300 ml); C₁ e C₂, fluxos transportadores (H₂O, 2,0 ml min⁻¹ e tampão TRIS-HCl 1,0 ml min⁻¹, respectivamente); B₁ e B₂, bobinas de reação (3 ml e 50 cm, respectivamente); BP₁ e BP₂, bombas peristálticas; VS, válvula seletora; CD, câmara de difusão gasosa; ISE, eletrodo tubular seletivo ao íon amônio; ER, eletrodo de referência e D, descarte.

Resultados e discussões

As condições experimentais para determinação seqüencial proposta (vazões dos fluxos aceptor e doador da unidade de difusão gasosa, volume de amostra, de solução alcalina e de extrato enzimático, e efeito de memória entre as determinações) foram avaliadas e o sistema após otimizado aplicado às amostras de leite e de silagem. Os resultados obtidos apresentaram-se concordantes com os procedimentos oficiais de determinação (Kit enzimático e Kjeldhal) e podem ser observados na Tabela 1. Linearidade nos intervalos de concentração 1,0·10⁻³-0,010 mol l⁻¹ de uréia e 10-120 mg l⁻¹ de N, e desvios entre as medidas inferiores a 3,0 %, foram observados para os experimentos executados. Testes de adição e recuperação do sinal analítico foram conduzidos para as determinações propostas e indicaram a ausência de efeito de matriz.

Tabela 1. Teores de uréia em leite e N-volátil em silagem.

Amostras	Uréia (mmol l ⁻¹)		Amostras	N-volátil (mg l ⁻¹)	
	SIA	Kit enzimático		SIA	Kjeldhal
Leite 1	6,60 (± 2,4)*	6,00 (**)	Silagem 1	1.192 (± 2,3)*	1.165 (± 2,8)*
Leite 2	5,86 (± 1,8)	4,83	Silagem 2	6.150 (± 1,4)	6.733 (± 1,7)

(*) d.p.r. em % baseado em uma amostra em triplicata; (**) d.p.r. não disponível.