
DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE DIGESTÃO DE TECIDO VEGETAL VIA DIGESTÃO MICRO-ONDA UTILIZANDO ESTATÍSTICA PARA COMPARAÇÃO DE DADOS.

ISBN 978-85-85905-19-4

Área

Química Analítica

Autores

Silva, A.T.L. (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARA) ; Souza, C.M.A. (EMBRAPA) ; Faria, L.J.G. (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARA)

Resumo

A maioria das técnicas analíticas utilizadas para determinações de elementos em amostras de solo e tecido vegetal requer que estes estejam na forma de uma solução aquosa sem resíduo, que sejam de rápidas na execução e com uma taxa de amostragem compatível com o método analítico. Foram analisadas 7 matrizes de tecido vegetal certificadas, onde foram comparados 2 métodos de dissolução dessas matrizes para fins analíticos, sendo elas a digestão em bloco digestor e via micro-ondas. Foi observado que as metodologias não possuem diferenças estatísticas significantes entre si. Ressalva-se que para as amostras de solo ricas em matéria orgânica, deve-se realizará novos estudos para obter-se uma nova metodologia via micro-ondas mais eficiente e segura.

Palavras chaves

Digestão; Microondas ; Estatística

Introdução

Como na maioria das áreas aplicadas, a química apresenta-se fundamental para o fornecimento de informações para tomada de decisões na agronomia. É com o uso de resultados químicos é possível se conhecer o grau de carência ou excesso de nutrientes em um solo e a necessidade de adubação e calagem (para a correção do pH do solo)(NOGUEIRA, 2003). Há técnicas que possibilitam a análise de amostras no estado sólido, enquanto outras apenas em solução, normalmente aquosa, ou ainda como uma suspensão. Entretanto, quando se pensa em análises químicas, as técnicas usadas necessitam, geralmente, de algum tipo de preparo de amostra, que transforma a forma original da amostra em uma forma mais conveniente e/ou mais apropriada para a análise. Os procedimentos de preparo de amostras exigem cuidados que objetivam minimizar os erros e garantir boas exatidão e precisão. Sendo que os detalhes experimentais que são considerados devem-se as peculiaridades dos analitos e/ou a sua faixa de concentração e, não somente, às características da técnica analítica que será utilizada (SOUSA et al, 2015). Dentre os métodos de preparo de amostra a alta temperatura empregada em via úmida destacam-se o aquecimento por convecção (blocos digestores, chama ou chapa aquecedora) e por micro-ondas, normalmente empregando ácidos minerais oxidantes e peróxido de hidrogênio (NOGUEIRA, 2003). Com relação à utilização do forno de micro-ondas em comparação a outros métodos tem-se como vantagens a maior eficiência na dissolução, a possibilidade de utilização de somente ácido nítrico ou solução aquosa deste para a decomposição da amostra, tem-se uma redução de riscos de perdas de analitos por volatilização e também reduzido o risco de contaminação devido ao ambiente de trabalho (KINGSTON & HASWELL, 1997).

Material e métodos

Foram digeridas 7 amostras certificadas de tecido vegetal, em triplicata, com as metodologias: Via bloco digestor e via micro-ondas. A massa utilizada em ambas as metodologias foram de 100 mg. Na metodologia em bloco digestor, a amostra foi adicionada junto com 2 mL de H₂SO₄ p.a. em tubo de digestão, Posteriormente, colocou-se para em bloco digestor a 280°C/1h, após este tempo, deixou-se esfriar, sempre fora de bloco, por 5 mim, em seguida acrescentar 1 mL de H₂O₂, deixar esfriar por 5 mim e retorna ao aquecer a 280° 30 mim. Após o resfriamento de 5 mim, acrescentar mais 1 mL de H₂O₂, deixar esfriar por mais 5 mim, posteriormente aqueceu-se por 30 mim. Com as amostras límpidas, transferiu-se quantitativamente para balão volumétrico de 50 mL e aferiu-se com água deionizada. Em seguida, determinou e quantificou-se de fósforo. Para a metodologia via micro-ondas, a amostra foi acrescentada com 5 mL de HNO₃ p.a. e 2 mL de H₂O₂ p.a. em recipiente de PTFE-TFM. Verificar se todos os parâmetros como temperatura, potência, reagentes, volumes, número de vasos, resfriamento e rotação estão de acordo com os parâmetros desejados para análise, em seguida iniciou-se o processo de digestão com uma rampa de aquecimento de 20 mim e 10 mim de resfriamento com uma potencia de 850 W em rotação constante no aparelho de micro-ondas Multiwave ECO Paar. Em seguida precedeu-se diluição e análise. Precedeu-se a quantificação de fosforo nas amostras para verificar se análise pelo método Murphy-Ralley, para verificar se os resultados eram alterados pelos processos de preparo de amostra e em seguida procedeu-se análises estatísticas com determinação coeficiente de correlação entre as metodologias (R²), test T, d.m.s. e teste F para verificar se há diferença estatística entre as metodologias.

Resultado e discussão

Para as digestões das amostras de tecido vegetal, os testes da nova metodologia transcorrem de modo satisfatório, onde se obteve como resultado das digestões, amostras límpidas, incolores e sem resíduos. Estas são características desejáveis para o método de quantificação atualmente realizado neste laboratório. Depois da realização das digestões clássica e por micro-ondas, foi quantificado o fósforo nestas pelo método de Murphy- Riley. Para tecido

vegetal foram analisadas sete amostras em triplicata, com três amostras de brancos, podem-se observar os resultados obtidos para tecido vegetal na tabela 01. Para as metodologias testadas para digestão via clássica e micro-ondas, podemos observar uma boa correlação entre os métodos, com $R^2 = 0,9988$ ($\gamma = 0,9999x - 0,003$), o que nos fornece indícios que as metodologias não se diferem entre si. O método de digestão via micro-ondas demonstrou possuir uma capacidade de digestão de amostras similar a digestão em bloco digestor ($t_{calc} < d.m.s.$ e $F_{calc} < F_{tab}$ para a verificação de variação entre os métodos.). Pelos cálculos realizados, podemos verificar a boa similaridade entre as metodologias testadas.

Resultados de Análises químicas e estatísticas.

Nº	Clássico		Multiwave		Resultado Padrão ^o	Teste t	d.m.s.
	gP/Kg ^a	Média	gP/Kg	Média			
1.1	1,51	1,50±0,034	1,54	1,54±0,010	1,54	0,043	1,641
1.2	1,48		1,53		1,48		
1.3	1,50		1,54		1,48		
4.1	1,21	1,21±0,015	1,21	1,21±0,018	1,2	0,030	1,654
4.2	1,20		1,20		1,18		
4.3	1,22		1,22		1,17		
6.1	1,25	1,25±0,008	1,24	1,24±0,009	1,25	0,009	1,675
6.2	1,25		1,24		1,18		
6.3	1,25		1,25		1,16		
7.1	0,77	0,77±0,009	0,75	0,77±0,040	0,77	0,562	1,121
7.2	0,77		0,79		0,74		
7.3	0,78		0,78		0,73		
8.1	1,72	1,72±0,036	1,71	1,72±0,031	1,72	0,246	1,437
8.2	1,74		1,74		1,64		
8.3	1,70		1,71		1,63		
9.1	1,18	1,17±0,025	1,17	1,17±0,005	1,17	0,326	1,358
9.2	1,16		1,17		1,15		
9.3	1,18		1,17		1,16		
10.1	2,63	2,62±0,028	2,64	2,62±0,035	2,62	0,540	1,144
10.2	2,61		2,63		2,59		
10.3	2,63		2,60		2,26		
Fonte de Variação			F_{calc}	F_{tab}			
Amostra			65535				
Método			0,00033	4,085			
^a Unidades em g de P por Kg de Tecido Vegetal. ^b Média das amostras em triplicata. ^c As amostras são pertencente ao um inter-laboratório realizado pelo Laboratório de Solo da Amazônia Oriental, que nos cedeu às amostras para teste. Este item são as médias dos resultados do inter-laboratório destas amostras.							

Tabela 01-Resultados das análises de determinação de Fósforo das amostras, pelo método clássico e por digestão em micro-ondas e comparação estatística.

Análise Comparativa das metodologias.

Parâmetro	Clássico	Micro-ondas	Conclusão
Tempo	Este método utiliza no mínimo 1h para a digestão inicial, com mais 30 mim a cada acréscimo de 1 mL de H ₂ O ₂ até que amostra fique límpida e incolor. Com duração mínima de 2h.	Duração de 1h a corrida completa de digestão, sendo 30 mim de digestão e 30 mim de resfriamento, de acordo com o programa utilizado.	A digestão via micro-ondas utiliza a metade do tempo utilizado no método clássico, indicando ser melhor neste item.
Reagentes	Utiliza 2 mL de H ₂ SO ₄ com acréscimo de 2 mL de H ₂ O ₂ . Podendo acréscimo de H ₂ O ₂ chegue a 3 mL.	Utiliza 5 mL de Acido Nítrico + 2 mL de H ₂ O ₂ .	O método de digestão via micro-ondas utiliza uma maior quantidade de reagente, mas tem a vantagem da substituição do H ₂ SO ₄ pelo HNO ₃ . O Método clássico demonstra ser melhor neste, considerando somente as quantidades de reagentes.
Produção	É possível a digestão de 40 amostras por batelada, pois esta é a capacidade do bloco digestor, com disponibilidade de tubos de digestão.	É possível a digestão de 16 amostras por batelada, pois esta é a quantidade de vasos disponíveis.	Neste item a produtividade do método clássico é bem maior, o desejável era a disponibilidade de 16 vasos sobresselentes, para serem preparados enquanto os 16 vasos em usos estão em lavagem.
Grau de dificuldade de realização.	É de realização fácil, porém é possível ter perdas de amostras aderidas nas paredes dos tubos.	É de fácil realização, sem perda de amostras.	O método de digestão via micro-ondas demonstra maior confiabilidade, e menor chance de perda de amostra.

Tabela 02- Comparação dos métodos de digestão clássica e via micro-ondas.

Conclusões

Podemos observar que as metodologias não possuem diferenças estatísticas significantes entre si, podendo a metodologia utilizada atualmente (bloco digestor) ser substituída sem problemas pela metodologia proposta (digestão via micro-ondas), no caso da matriz estudada. Lembrando que a metodologia de digestão de amostras em questão levou em consideração o método de quantificação, como no caso do Fósforo que ainda, geralmente, se utiliza a cor como parâmetro, o que requer amostras límpidas e incolores, o que dificulta o processo de análise para amostras que ainda ficam amareladas e límpidas.

Agradecimentos

Agradecemos a Embrapa pelo apoio metodológico e analítico e a Ufpa pelo apoio acadêmico.

Referências

- 1-SOUSA, R. A. de; CAMPOSA, N. S.; ORLANDOC, R. Apostila de Apoio em química analítica avançada- Instituto de Ciências Exatas – Departamento de Química, UFJF; b Instituto de Ciências Exatas – Departamento de Química, UFMG. Juiz de Fora, junho de 2015.
- 2-NOGUEIRA, A. R. de A. Preparo de amostras. In: ENCONTRO NACIONAL SOBRE MÉTODOS DOS LABORATÓRIOS DA EMBRAPA, 8., 2003, Jaguariúna, SP. Novas perspectivas para os laboratórios da Embrapa. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2003.
- 3-KINGSTON, H. M., & HASWELL, S. J. (1997). Microwave-enhanced chemistry: fundamentals, sample preparation, and applications. Washington, DC, American Chemical Society.

Patrocinadores



(<http://www.capes.gov.br/>)



(<http://cnpq.br/>)



(<http://www.fapespa.pa.gov.br/>)

Apoio



(<http://www.ifpa.edu.br/>)



(<https://www.portal.ufpa.br/>)



(<http://www.uepa.br/>)



(<http://www.crq6.org.br/>)



(<http://www.iec.pa.gov.br/>)



(<http://www.sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/ufs/pa?codUf=15>)



(<http://www.museu-goeldi.br/portal/>)

Realização



(<http://www.abq.org.br/>)



(<https://abqpa.wordpress.com/>)

SOBRE O CBQ

Todos os anos, este evento é organizado e realizado em um Estado. O evento tem por objetivo congrega a comunidade química, incentivando o estudo, a difusão e o conhecimento da química entre profissionais e estudantes. Realizado em diferentes Estados, facilita a participação das comunidades locais para apresentar os resultados da pesquisa e do desenvolvimento tecnológico específicos daquela região às comunidades das outras regiões do país. O evento engloba cursos, palestras, mesas redondas (debates ou painéis), além da apresentação de trabalhos. A cada ano são convidados vários pesquisadores do Brasil e do exterior.

CONTATO



ABQ - ASSOCIAÇÃO
BRASILEIRA DE QUÍMICA |
Av. Presidente Vargas, 633
Sala 2208 Centro Rio de
Janeiro/RJ 20071-004



(21) 2224-4480



abqeventos@abq.org.br