

EFEITO DO TEOR DE NITRATO NA DETERMINAÇÃO DE N TOTAL EM PLANTAS PELOS MÉTODOS KJELDAHL E DUMAS

Andréa Pires Fernandes¹ (PG), Elma N. V. Carrilho² (PQ), Gilberto B. Souza³ (PG) Ana Rita A Nogueira³ (PQ), Joaquim A. Nóbrega¹ (PQ) (deapfernandes@yahoo.com.br)

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, S.P., ²Departamento de Zootecnia, Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias da Unesp, Jaboticabal, São Paulo, Brasil, ³Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, S.P.

Na análise de plantas para a determinação de nitrogênio total, visando a determinação de proteína bruta (PB), o método Kjeldahl é o mais utilizado. No entanto, a presença de nitrogênio não protéico, na forma de nitrato (4-9 % N-não protéico), nestes tipos de amostras, torna este método pouco adequado, devido a sua incapacidade de quantificar $\text{NO}_3\text{-N}$. Conseqüentemente, uma vez que nitrato pode representar uma fração significativa do total de N em vegetais fertilizados com $\text{NO}_3^{1,2}$, seu teor pode ser uma fonte considerável de erros na determinação de N-total via Kjeldahl. Ao contrário, o método de combustão de Dumas, empregado na determinação de N-total, quantifica os teores de nitrato. Portanto, para amostras contendo expressivas quantidades de nitrato, os teores de N-total obtidos por processos de combustão são, em geral, superiores àqueles determinados por oxidação líquida^{2,3,4}. Alguns nitratos não são recuperados e determinados devido à quebra incompleta das ligações N-N e N-O durante a digestão, enquanto que $\text{NO}_3\text{-N}$ é totalmente recuperado na combustão da amostra^{2,5}. Em virtude dessa limitação, associada ao fato de que o método de Dumas não causa danos ao meio ambiente e fornece resultados mais precisos e rápidos este pode, eficientemente, substituir a digestão Kjeldahl na determinação de PB em vegetais. Visando obter maiores informações quanto à influência do teor de nitrato na determinação de N-total, este trabalho objetiva comparar os teores de PB obtidos por esses dois métodos, em amostras de alimentos (legumes e verduras), produzidas organicamente, com diferentes teores de nitrato. As amostras foram previamente secas em estufa a 55 °C, com circulação forçada de ar e, posteriormente, moídas em moinho de facas. Nas análises conduzidas em sistema semi-micro Kjeldahl, 0,1 g de amostra foram misturados a sulfato de cobre e sulfato de potássio (catalisador) em frascos de digestão, nos quais foram adicionados 2,5 mL de H_2SO_4 . O material foi decomposto em bloco digestor operando, inicialmente, a 250 °C por 1h e, em seguida, a 400 °C, até obtenção de solução límpida. O sulfato de amônio resultante, na presença de solução concentrada de NaOH, libera amônia, que é recebida em solução de ácido bórico (10 mL) e titulada com H_2SO_4 0,51 N. Dessa forma, determina-se o teor de nitrogênio da amostra, o qual é convertido a PB quando multiplicado por 6,25. O método de determinação de nitrogênio por combustão baseia-se na liberação de N_2 por combustão, a altas temperaturas, em oxigênio puro, medido por condutividade térmica e convertido em equivalente de PB pelo mesmo fator (6,25). Na análise, 0,1 g de amostra foram pesados em folha de estanho e transferidos para câmara de combustão (850 °C) do Analisador de Proteína LECO FP 528. Uma mistura de gases é liberada durante a combustão e N_2 é separado para quantificação após passagem em cela de condutividade térmica. Como esperado, os resultados de nitrogênio total obtidos pela digestão via Kjeldahl, apresentaram teores inferiores àqueles encontrados por combustão. Essa diferença observada foi associada aos teores de nitrato determinados, os quais variaram de 0,01 a 0,50 %. O soma entre os teores de N via Kjeldahl e nitrato das amostras resultou em valores próximos aos teores de N determinados via combustão. Estes resultados confirmam a hipótese de que os menores valores de N encontrados quando amostras são digeridas por via úmida (Kjeldahl), em comparação ao Dumas, são atribuídas ao nitrato presente na amostra.

1. SIVERTOOTH, J. C., WESTERMAN, R. L. *Agron. J.* 80, 733-736, 1988.
2. COSGROVE, D. C., JONES, JR. J. B., MILLS, H. A. *Hort. Sci.* 20, 427-429, 1985.
2. MCGEEHAN, S. L., NAYLOR, D. V. *Commun. In Soil Sci. Plant Anal.* 19, 493-505, 1988.
3. THOMPSON, M., OWEN, L., WILKINSON, K., WOOD, R., DAMANT A. *Analyst* 127, 1666-1668, 2002.
4. SIMONNE, E. H., MCCRIMMON, J. N., SCOGGINS-MANTERO, H. L., CRESMAN III, C. P. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 26, 2243-2251, 1995.
5. NELSON, D. W., SOMMERS, L. E. J. *Assoc. off Anal. Chem.*, 63, 770-778, 1980.