

Determinação de Minerais em Grãos de Milho: Avaliação de Contaminações durante o Preparo de Amostras*

PAULO E. A. RIBEIRO¹, PAULO E. O. GUIMARÃES¹, ROBERT E. SHAFFERT¹,
MARCUS R. SENA¹, LÍGIA P. COSTA¹, PRISCILA Z. BASSINELLO², ANA R. A.
NOGUEIRA³, GILBERTO B. SOUZA³

¹Embrapa Milho e Sorgo, CP 151, Sete Lagoas-MG, 35.701-970; ²Embrapa Arroz e Feijão, CP 179, Santo Antônio de Goiás-GO, 75.375-000; ³Embrapa Pecuária Sudeste, CP 339, São Carlos-SP, 13.560-970
pauloedu@cnpms.embrapa.br

Palavras-chave: análise de minerais, *Zea mays*, moinho, contaminação de amostras, preparo de amostras

Revisão de Literatura

O melhoramento de culturas com altos teores de minerais, principalmente Fe e Zn, é uma nova iniciativa no combate à desnutrição, como proposto pelo Programa *Harvest Plus*. A obtenção de dados analíticos confiáveis sobre carotenóides, pró-vitâmicos A e microminerais nos alimentos escolhidos pelo programa, *in natura*, processados ou preparados para o consumo, do campo à mesa, é imprescindível para cumprir seus objetivos. Assim, para aumento de confiabilidade, esse programa necessita gerar conhecimento básico sobre as análises de tais características, desenvolvendo protocolos de amostragem e análise para as diversas culturas envolvidas, procurando-se evitar erros relacionados à amostragem ou possíveis contaminações durante as fases de coleta e preparo das amostras. Os protocolos devem atender características relacionadas a custos, exatidão e precisão, além de promover respostas rápidas para facilitar a identificação de genótipos promissores e para treinamento do corpo técnico envolvido aumentando o poder das pesquisas em elementos-traço nas diversas culturas (Stangoulis, 2005). Os analistas devem ser muito bem informados sobre a natureza e propriedades dos elementos determinados, assim como das fontes de erros na sua identificação e quantificação (Amaya, 2005).

O objetivo desse trabalho foi avaliar, de forma sistemática, a influência da lavagem ou não dos grãos de milho no preparo de amostras para análises de minerais, assim como a agregação de possíveis contaminações às amostras pelo moinho tipo ciclone, que possui partes metálicas.

Material e Métodos

Foram pesados cerca de 15 g de amostras de grãos de 10 linhagens de milho da Embrapa Milho e Sorgo. Cada amostra foi dividida em dois grupos iguais, denominados A e B. Apenas as amostras do grupo A foram lavadas durante 10 seg com água deionizada corrente em uma peneira de plástico e cuidadosamente secadas com papel toalha.

Em seguida, as amostras dos grupos A e B foram transferidas para envelopes de papel e imediatamente colocadas em estufa com circulação forçada de ar a 80°C por 4 dias. Após a secagem, cada grupo foi dividido em mais dois subgrupos, A1, A2, B1 e B2.

* Pesquisa financiada pelo Programa Harvest Plus

As amostras dos subgrupos A1 e B1 foram moídas em moinho tipo mixer Retsch mod. MM200 (Figura 1), com bolas de zircônio. As amostras dos subgrupos A2 e B2 foram moídas em moinho tipo ciclone Marconi mod. TE 020 (Figura 2).

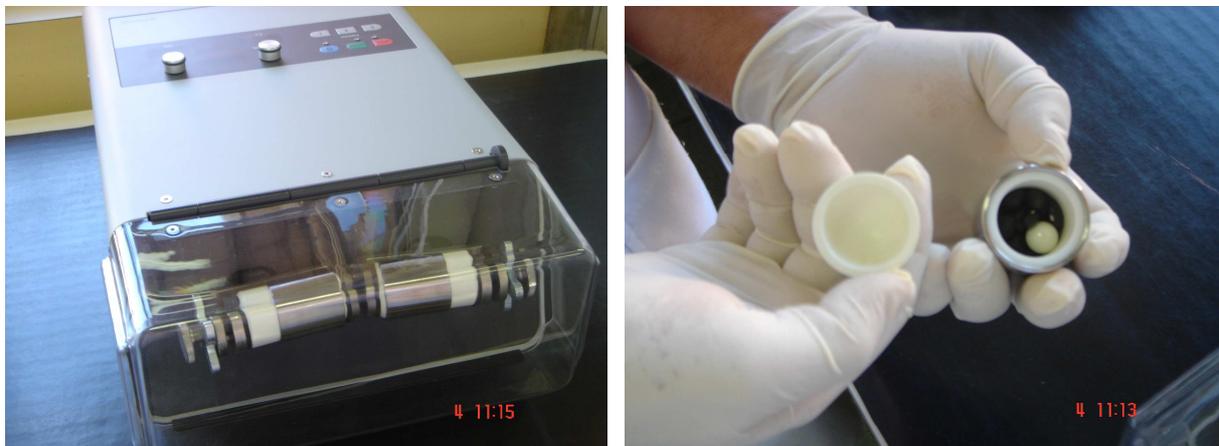
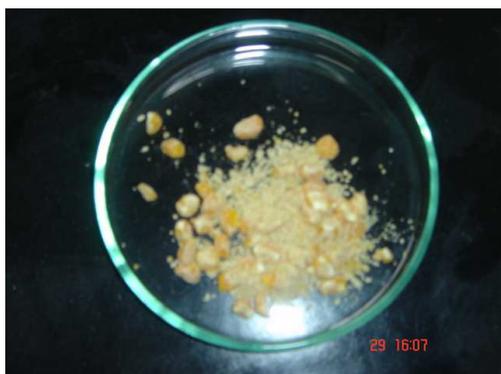


Figura 1 – Moinho de bolas



Figura 2 – Moinho ciclone

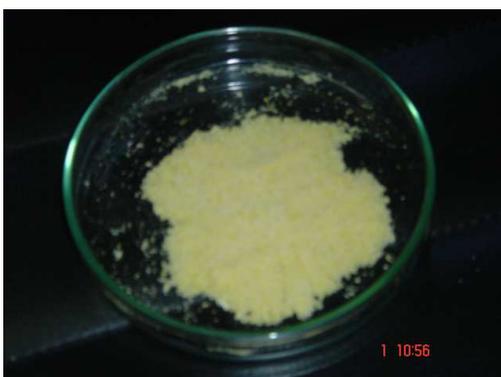
Para definição das condições ideais de moagem no moinho de bolas, foram feitos testes preliminares, variando-se o tempo e a frequência de rotação do moinho respectivamente entre 30 e 380 segundos e entre 25 e 30 rotações por minuto (RPM) (Figura 3). As condições ideais, definidas em função da homogeneidade e tamanho de partículas obtidas, foram 30 RPM por 110 segundos, utilizando bolas de zircônio de 25 mm de diâmetro.



25 RPM por 50 segundos



25 RPM por 110 segundos



30 RPM por 50 segundos



30 RPM por 110 segundos

Figura 3 – Definição das condições ideais de moagem de grãos de milho em moinho de bolas

As amostras moídas no moinho de bolas não foram peneiradas, enquanto o moinho tipo ciclone possui uma peneira de aço inoxidável de 0,5 mm acoplada.

Após a moagem, as amostras dos quatro grupos foram divididas em duas porções, para realização de duplicata da determinação de minerais.

Foi pesado 0,500 g de cada repetição e transferido para tubos de 50 mL. A cada tubo foram adicionados 5 mL de mistura 4:1 de ácido nítrico e ácido perclórico concentrados P.A e transferidos para bloco digestor. Como medida de segurança, uma vez que se trabalhou com ácido perclórico, essa mistura era deixada durante uma noite a temperatura ambiente, para a digestão da matéria orgânica facilmente dissolvida. Para cada grupo de 38 amostras foi incluído material de referência certificado (NIST SRM 8433 - Corn Bran) e uma prova em branco (o mesmo procedimento, sem adicionar amostra), para verificação de possíveis contaminações durante o procedimento de digestão. As amostras foram digeridas aquecendo-se lentamente o bloco digestor até 200°C, permanecendo nessa temperatura até o aparecimento de fumos brancos. A seguir, as amostras foram transferidas para tubos de polietileno tipo Falcon de 15 mL, completado-se o volume com água deionizada. Os teores de alumínio (Al), cálcio (Ca), cobre (Cu), ferro (Fe), magnésio (Mg), manganês (Mn), fósforo (P) e zinco (Zn) foram determinados por espectrometria óptica de emissão com plasma indutivamente acoplado com visão radial (ICP OES, Varian Vista-RL). A exatidão das medidas foi observada pela comparação com os valores certificados da amostra referência. Após as leituras, foram descontados os valores das provas em branco e calculados os teores de minerais nos diferentes tratamentos.

Esses resultados foram avaliados a partir de análise de variância, utilizando o Programa *Genes*, para determinar possíveis contaminações de poeira trazida do campo, nas amostras não lavadas, e de partículas metálicas, nas amostras preparadas no moinho ciclone.

Resultados e Discussão

Na Tabela 1 é apresentado o resumo da análise de variância para os minerais em grãos de 10 genótipos de milho.

Tabela 1: Análise de variância dos efeitos de lavagem, moinho e genótipos com suas interações e respectivas significâncias.

| Fonte de Variação | Al | Ca | Cu | Fe | Mg | Mn | P | Zn |
|-------------------|----------|----------|---------|-----------|-------------|-------|------------|---------|
| Lavagem | 4,10 | 20,45 | 0,12 | 190348,93 | 965,31 | 0,01 | 12,98 | 1,18 |
| Moinho | 426,34** | 8,80 | 18,63** | 3943,00 | 8170,45 | 0,47 | 14697,64 | 0,86 |
| Genótipos | 19,56 | 490,29** | 1,94** | 73390,14 | 540450,40** | 8,18* | 415434,16* | 76,11** |
| LM | 20,43 | 10,34 | 0,17 | 4759,38 | 14294,45 | 0,46 | 310230,10 | 11,36 |
| LG | 13,69 | 84,58 | 0,27 | 75155,71 | 7085,64 | 0,45 | 76250,22 | 3,71 |
| MG | 10,80 | 87,42 | 0,67 | 95854,20 | 7814,21 | 1,39 | 153242,30 | 2,40 |
| Resíduo | 14,87 | 46,41 | 0,35 | 94354,06 | 11484,97 | 1,91 | 131086,14 | 7,27 |
| Média | 5,61 | 51,43 | 1,67 | 88,87 | 991,83 | 5,75 | 3261,86 | 24,01 |
| CV (%) | 68,71 | 13,25 | 35,75 | 10,80 | 24,07 | 24,07 | 11,10 | 11,23 |

** significância ao nível de 1%; * significância ao nível de 5%; LM: interação lavagens x moinhos; LG: interação lavagens x genótipos; MG: interação moinhos x genótipos.

A fonte de variação lavagem e as interações LM (lavagem x moinho), LG (Lavagem x genótipo) e MG (moinho x genótipo) não apresentaram diferenças estatisticamente significativas, podendo-se inferir que a lavagem e as interações entre as fontes de variação não influenciaram na determinação dos teores dos minerais analisados.

A fonte de variação “moinho” apresentou significância para as determinações de alumínio e de cobre, permitindo inferir a provável contaminação em função do material com o qual o moinho ciclone é fabricado. Esses elementos apresentaram os maiores desvios entre os resultados, o que comprova a contaminação não homogênea, proveniente da composição das peças que entram em contato com os grãos durante a moagem, diminuindo a precisão dos resultados. Com base nesses resultados, deve-se atentar para a composição dos moinhos em função dos elementos que se deseja determinar.

Mesmo não apresentando influência sobre a determinação dos minerais nesse experimento, a lavagem dos grãos antes da análise é muito importante para a diminuição dos riscos de contaminação das amostras, principalmente por solo e poeira, já que os teores de minerais em grão são, em geral, de baixa magnitude. Ademais, é um procedimento simples e que não onera, em momento algum, o processo de análise.

Literatura Citada

AMAYA, D.B.R.; **Análise de Carotenóides**. Desenvolvendo produtos agrícolas mais nutritivos. Embrapa, Brasília, 17 de março de 2005.

BATAGLIA, O.C.; FURLANI, A.M.C.; TEXERIRA, J.P.F.; FURLANI, P.R.; GALLO, J.R. **Método de Análise Química de Plantas**, Instituto Agronômico de Campinas, SP, Boletim Técnico n. 78, 1983.

SILVA, Fábio César da. **Manual de Análises Químicas de Solos, Plantas e Fertilizantes**. 1ª ed. Brasília: Embrapa Solos, Embrapa Informática Agropecuária, 1999. 370p

STANGOULIS, J. **Mineral Analysis**. Desenvolvendo produtos agrícolas mais nutritivos. Embrapa, Brasília, 17 de março de 2005.