

Emprego de titulação potenciométrica e ferramentas quimiométricas para determinação de constituintes em amostras de silagem

Rodolfo Carapelli^{1,2} (PG)*, Caio F. Gromboni^{1,2} (PG), Gilberto B. de Souza¹ (PQ), Ari Luiz de Castro³ (TC), Paulo Henrique M. Rodrigues³ (PQ), Francisco P. Rennó³ (PQ), Ana Rita de A. Nogueira¹ (PQ). *rcarapelli@pop.com.br

1 Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos SP, 2 Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP, 3 Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Universidade de São Paulo, Pirassununga SP.

Palavras Chave: Silagem, Titulação, Quimiometria, PLS.

Introdução

O ensilamento constitui um dos métodos mais seguros para armazenar o alimento para o gado durante inverno e secas prolongadas. Esse processo é alcançado por meio de fermentações que geram ácidos orgânicos e reduzem o pH do ambiente. Dos ácidos gerados, quanto maior for a concentração de ácido láctico mais energética e agradável em relação ao sabor e ao aroma se torna a silagem para os animais. Sendo por isso a concentração desse ácido um importante critério para a verificação da qualidade da silagem produzida.¹

Kowalky & Lindberg² (1988) propuseram a determinação seletiva de ácidos orgânicos com pKa muito próximos utilizando titulação potenciométrica e calibração por mínimos quadrados parciais (PLS) alcançando bons resultados para soluções padrão. Em vista disso, o objetivo desse trabalho foi propor um método simples e seletivo para a análise dos constituintes gerados no processo de ensilamento utilizando titulação potenciométrica e calibração por mínimos quadrados parciais. Neste resumo são apresentados os resultados obtidos para o ácido láctico

Resultados e Discussão

Foram submetidas a extração por meio de prensagem hidráulica 20 amostras de silagem. O ácido láctico foi determinado utilizando cromatografia líquida. Os mesmos extratos foram posteriormente titulados utilizando solução de NaOH (0,05 mol L⁻¹) em curvas uniformes de incrementos de alíquotas de 0,5 mL e considerando intervalo de titulação de 0 a 50 mL (método proposto).

De posse das curvas de titulação e dos resultados obtidos por cromatografia (considerado como método padrão), foi construído um modelo multivariado de calibração baseado no método dos mínimos quadrados parciais. O software empregado foi o Pirouette 4.0 (Infometrix, EUA). Os dados foram auto-escalados.

A figura 1 mostra o gráfico de correlação entre o método proposto e o método padrão, sendo que o

coeficiente de correlação linear foi de 0,9015, evidenciando uma boa correlação entre eles.

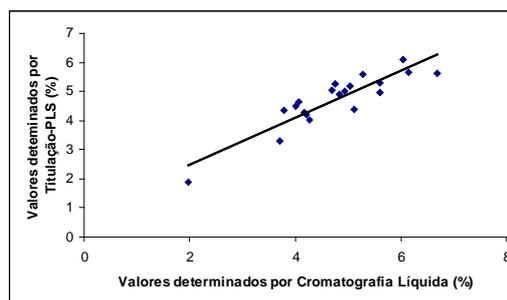


Figura 1. Correlação entre os valores medidos e previstos.

Foi aplicado teste *t* pareado para comparação dos métodos. O valor crítico de $|t|$ para $n = 20$ ($P = 0,05$) é 2,09, como o valor calculado de $|t|$ foi menor (0,37) os métodos não se apresentaram estatisticamente diferentes para os valores médios da concentração de ácido láctico.

O limite de detecção para o ácido láctico foi calculado de acordo com o coeficiente de regressão obtido por PLS e o desvio padrão do branco da amostra sendo esse estimado através do ruído nos volumes finais de cada curva de titulação³. O limite encontrado foi de 0,225%.

Conclusões

O método proposto mostrou-se eficiente para a determinação de ácido láctico e potencialmente promissor para determinações de outros constituintes tituláveis presentes na silagem. O método é simples e de baixo custo principalmente quando comparado com os métodos cromatográficos que são rotineiramente empregados nessa determinação.

Agradecimentos

CNPq e FAPESP

¹ Andrade, S.J.T.; Melotti, L. *Braz. J. Vet. Res. Anim. Sci.* **2003**, 40, 219.

² Lindberg, W.; Kowalski, B. *Anal. Chim. Acta.* **1988**, 206, 125.

³ Petrucelli, G.A.; Poppi, R.J.; Mincato, R.L.; Pereira-Filho, E.R. *Talanta.* **2007**, 71, 620.