

Emprego de titulação e regressão por mínimos quadrados parciais para determinação de ácidos orgânicos em amostras agronômicas

Rodolfo Carapelli¹; Caio Fernando Gromboni¹; Gilberto Batista de Souza²; Ari Luiz de Castro³; Paulo Henrique Mazza Rodrigues⁴; Francisco P. Rennó⁴; Ana Rita A. Nogueira⁵

¹Doutorando em química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, rcarapelli@pop.com.br;

²Analista, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP;

³Técnico, Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Universidade de São Paulo, Pirassununga, SP;

⁴Professor, Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Universidade de São Paulo, Pirassununga, SP;

⁵Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

O ensilamento constitui um dos métodos mais seguros para armazenar o alimento para o gado durante o inverno e secas prolongadas. Esse processo é alcançado por meio de fermentações que geram ácidos orgânicos e reduzem o pH do ambiente. Dentre os ácidos gerados, quanto maior a concentração de ácido láctico, mais energética e agradável em relação ao sabor e ao aroma se torna a silagem para os animais. A concentração desse ácido, assim, torna-se um importante critério para a verificação da qualidade da silagem produzida. Em vista disso, o objetivo desse trabalho foi propor um método simples e seletivo para a análise dos principais ácidos orgânicos (ácidos acético e láctico) gerados no processo de ensilamento. Para a construção do modelo de calibração, 20 amostras de silagem foram submetidas à extração por meio de prensagem hidráulica. Os ácidos láctico e acético foram determinados por meio de cromatografia líquida e gasosa, respectivamente. Os mesmos extratos foram posteriormente titulados utilizando NaOH (0,05 mol L⁻¹) em curvas uniformes de incrementos de volume de 0,5 mL e intervalo de titulação de 0 a 50 mL. De posse das curvas de titulação e das concentrações dos ácidos determinados por métodos cromatográficos, o modelo multivariado de calibração baseado na regressão por mínimos quadrados parciais foi construído com a utilização do software Pirouette 4.0 (Infometrix). Todos os dados foram autoescalados. O modelo foi otimizado por meio de validação cruzada para os ácido láctico e acético, respectivamente com três e dois fatores, erro de validação padrão de 0,532 e 0,0583 e correlação linear de validação de 0,858 e 0,534. De posse do modelo previu-se a concentração de ambos analitos em outras 15 amostras de silagem para avaliar a sua exatidão. Obteve-se a maior parte dos resultados previstos com erro de predição menor que 10% quando comparados com os resultados obtidos cromatograficamente. Com isso pôde-se concluir que o método proposto foi eficiente para a determinação dos ácidos láctico e acético em amostras de silagem, com potencialidade para análise de outros analitos tituláveis e aplicação para outras amostras agronômicas, tais como fluido ruminal.

Apoio financeiro: CNPq.

Área: Qualidade de Produtos.