

CURVA DE CALIBRAÇÃO PARA PREDIÇÃO DO TEOR DE SÓLIDOS SOLÚVEIS TOTAIS E AÇÚCARES REDUTORES PELA ANÁLISE DO ESPECTRO DE INFRAVERMELHO PRÓXIMO EM CULTIVARES DE CANA-DE-AÇÚCAR

OLIVEIRA, Bianca Aguiar¹; MESSIAS, Rafael da Silva²; LEMÕES, Lucas Silva³; VERISSIMO, Mario Alvaro Aloiso⁴; SILVA, Sergio Delmar dos Anjos⁵.

¹Bacharelado em Química, UFPel; ²Pesquisador visitante da Embrapa Clima Temperado, ³Agronomia, UFPel; ⁴Eng. Agr., Mestrando do PPG-SPAF, UFPel; ⁵Pesquisador da Embrapa Clima Temperado. bianca_aguiar87@hotmail.com.

1 INTRODUÇÃO

A busca por métodos alternativos para a quantificação das propriedades de culturas agrícolas tem incentivado a pesquisa, em especial com a cana-de-açúcar, cujos trabalhos científicos, novas técnicas e metodologias para determinações de parâmetros de interesses têm crescido nos últimos anos (VALDERRAMA 2005).

A espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR) determina grupos funcionais de uma amostra onde cada grupo absorve em diferentes frequências. Essas frequências apresentam vibrações específicas, de estiramento ou de deformação e que correspondem a níveis de energia da molécula, possibilitando a determinação de diversos compostos simultaneamente, principalmente relacionados às ligações envolvendo C-H, N-H e O-H, (SKOOG, 2007).

Atualmente a espectroscopia na região do infravermelho tem alcançado grande desenvolvimento e ampliação de suas aplicações, a partir do desenvolvimento de equipamentos mais precisos e devido à potencialidade que a técnica apresenta na caracterização e quantificação de diferentes parâmetros químicos.

A técnica de infravermelho próximo tem sido utilizada em análises quantitativas de materiais industriais e agrícolas (SKOOG, 2007) como a cana-de-açúcar.

Parâmetros como %brix (SST) teor de fibra, açúcares redutores (AR) e açúcares redutores totais (ART), podem ser determinados, por espectroscopia de infravermelho próximo de modo rápido, sem a necessidade de preparo da amostra, sem a geração de resíduos tóxicos, porém a complexidade dos métodos de construção das calibrações, baseados em análises multivariadas dos dados gerados, são fatores importantes a serem considerados durante a etapa de padronização das análises de interesse no equipamento (SKOOG, 2007).

Neste contexto, o presente trabalho visou o desenvolvimento e padronização de curvas de calibração para a quantificação de açúcares solúveis totais e de açúcares redutores em cana-de-açúcar (*Saccharum ssp.*), utilizando a técnica de infravermelho próximo através da comparação com metodologia laboratorial clássica.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Material

Foram coletadas 112 amostras de diferentes genótipos de cana-de-açúcar dos experimentos realizados na Embrapa Clima Temperado safra 2009.

Métodos

As análises de SST e AR foram realizadas no laboratório da central analítica da Embrapa Clima Temperado.

Para as análises de SST utilizou-se refratômetro digital ATAGO Pocket PAL - 3.

Para as análises de açúcares redutores utilizou-se a metodologia baseada em SOMOGY-NELSON, (1944) (REGULY, 2009). A técnica requer a desproteção das amostras, sendo estas um interferente na análise, utilizou-se 1,0 mL (ou 0,5 mL para altos teores de açúcar) e completou-se volume de 2,0 mL, em seguida adicionou-se 1 mL de reativo de SOMOGLY-NELSON, logo após foi fervido durante 20 minutos, resfriando-se e adicionou-se 1 mL de Arsenomolibídico e foi completado o volume para 10mL. O óxido cuproso assim formado reduz a reação Arsenomolibídico a óxido de molibdênio de coloração azul cuja intensidade da cor é proporcional a quantidade de açúcares redutores existente na amostra.

Os açúcares redutores foram quantificados a um comprimento de onda de 510 nm em espectrofotômetro U.V./vis. utilizando-se uma curva de glicose de 0 à 654 de absorbância.

Para a análise de SST e AR por infravermelho partiu-se de amostras de cana-de-açúcar rachada utilizando-se o acessório XL para o NIR (modelo NIR FLEX N500, BÜCHI) para cada amostra foi realizado três leituras, sendo o resultado final obtido pela média.

Através da correlação entre os resultados obtidos ajustaram-se as curvas de calibração por meio do programa *Nir Cal*.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na correlação de açúcares redutores foram utilizadas 22 amostras de cana-de-açúcar totalizando 66 espectros para AR, utilizando o método de regressão por componentes principais.

Através do gráfico 1 é possível monitorar a qualidade da calibração, pois se verifica o comportamento das retas que devem estar o mais próximo possível de seus coeficientes angulares e lineares.

Equações: Calibração	$f(x)=0,9925x + 0,0097$	$R^2=0,9925$
Validação	$f(x)=1,4618x + 1,0125$	$R^2=0,8294$

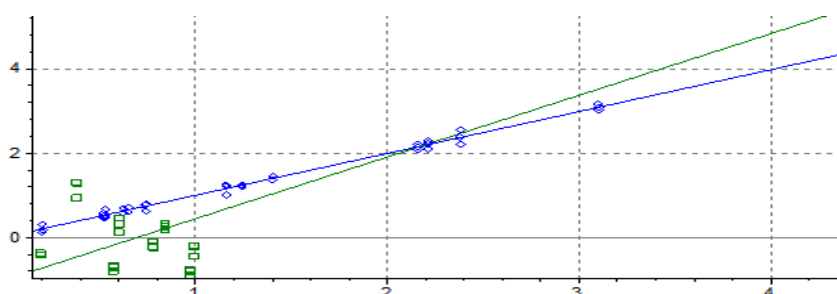


Gráfico 1. Valores preditos pelo NIR para AR por valores de referência (análise de AR por SOMOGY-NELSON), onde os pontos azuis correspondem aos espectros de calibração e os verdes aos espectros de validação.

O gráfico 2 representa os espectros de reflectância versus comprimento de onda das análise de AR utilizando o NIR.

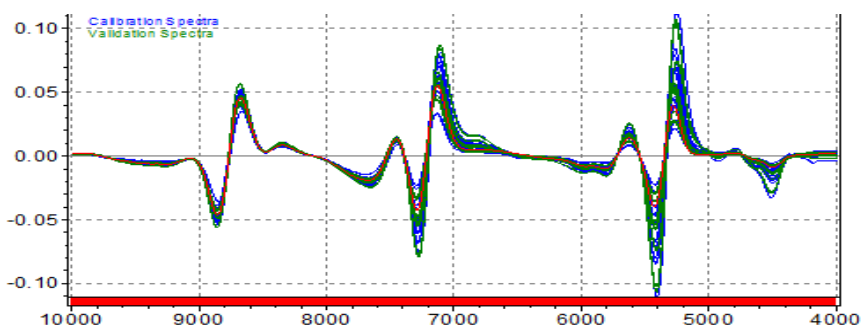


Gráfico 2. Reflectância versus comprimento de onda.

O gráfico acima mostra os espectros pré-tratados, (os espectros calculados), com ele é possível tirar informações sobre quais faixas do comprimento de onda podem ser utilizadas na calibração.

O gráfico 3 apresenta a correlação dos valores de SST obtidos utilizando refratômetro e o NIR.

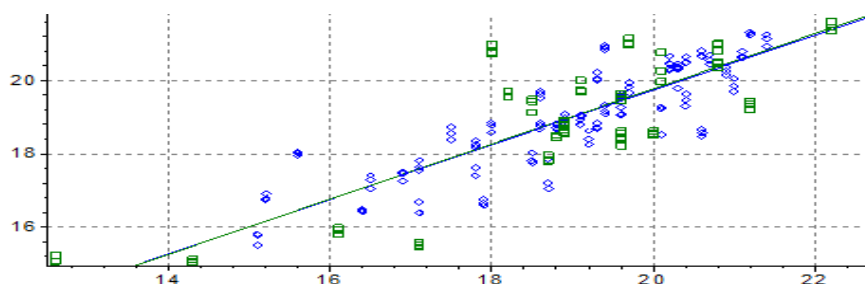


Gráfico 3. Confrontos dos valores de SST do NIR por valores de SST em refratômetro, os pontos azuis representam os espectros de calibração e os quadrados verdes espectros de validação.

Para a curva de SST utilizando-se a metodologia de regressão por componentes principais com retirada dos pontos discrepantes totalizando 70 espectros, este afastamento dos pontos ocorreu devido à diferença entre as leituras em refratômetro e NIR.

Equações: Calibração $f(x)=0,7473x + 4,8977$ $R^2=0,7473$
Validação $f(x)=0,7540x + 4,6980$ $R^2=0,7237$

O gráfico 4 representa a reflectância versus o comprimento de onda, este gráfico mostra todos os espectros pré-tratados (espectros calculados). As faixas não aproveitáveis compreendem as regiões sem sinal ou ruidosas.

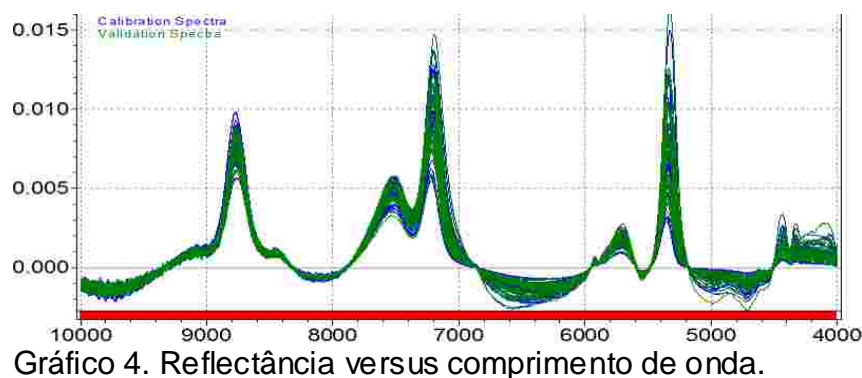


Gráfico 4. Reflectância versus comprimento de onda.

4 CONCLUSÃO

As correlações dos espectros de calibração e validação para AST foram de $R^2=0,7473$ e $R^2=0,7237$, respectivamente e para AR foram de $R^2=0,9925$ para calibração e $R^2=0,8294$ de validação.

Para a análise de SST e AR faz-se necessário o aumento do número de pontos de forma a aumentar o espectro de abrangência da curva melhorando a correlação entre as técnicas e conseqüentemente a calibração.

5 REFERÊNCIAS

SKOOG, D. **Fundamentos da Química Analítica**. São Paulo: Thomson Learning, 2007.

SILVERSTEIN, R. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. Rio de Janeiro 2006

REGULY, J. C. **Introdução à Analítica e à Tecnologia dos carboidratos, Lipídios, Proteínas e Enzimas: um manual de laboratório**. Pelotas: UFPel, Editora Universitária, 2009.

VALDERRAMA, P. **Avaliação de figuras de mérito em calibração multivariada na determinação de parâmetros de controle de qualidade em indústria alcooleira por espectroscopia no infravermelho próximo**. 2005. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, UNICAMP Universidade Estadual de Campinas, São Paulo. 2005.