

Uso de webcam em análise de fluxo para determinação de fósforo em extrato de solo.

Use of webcam in flow analysis to phosphorus determination in soil extract.

Eduarda Aguita Severo

Eduardaaguitasevero@gmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

Oldair Donizeti Leite

oldair.leite@gmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

Marcos Yuri Rosa Junior

marcosyuri.fsz@gmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

Pedro Luiz de Paula

plpf2004@gmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

Eder Lisandro de Moraes Flores

eder@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

Claudio Leones Bazzi

bazzi@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil.

RESUMO

Conhecer o nível de P disponível em terras agrícolas é muito importante para gerenciar o suprimento de fósforo pelos solos. Consequentemente, a determinação precisa de espécies de fósforo nos solos é essencial. O uso da webcam apresenta um alto potencial de análise na região visível do espectro eletromagnético, e a estratégia proposta se constitui em uma alternativa promissora às medidas tradicionais de absorbância baseadas em equipamentos convencionais. Neste trabalho, um sistema de análise química empregando webcam como detector foi aplicado para determinar as quantidades de PO_4^{3-} no solo (extrato de Mehlich-I), usando procedimento baseado no método do molibdênio azul (AOAC, 1995) adaptado ao sistema de fluxo. O sinal transiente típico inerente ao sistema de fluxo foi obtido usando um vídeo digital e quantificado pelo ImageJ, software freeware. A faixa de concentração dinâmica para determinação de fósforo foi de 0,5 – 5,0 mg L^{-1} P- PO_4^{3-} , com R.S.D <5%. O limite de detecção e frequência analítica foi de 0,08 mg L^{-1} e 52 h^{-1} , respectivamente. Os resultados obtidos nas análises com o sistema proposto foram concordantes com os obtidos por meio de detecção espectrofotométrica com nível de confiança de 95%. O uso do sistema de fluxo associado à detecção de webcam (imagens digitais) mostrou-se uma alternativa promissora para medições tradicionais de absorbância utilizando equipamentos convencionais na determinação de fósforo em amostras de solo.

PALAVRAS-CHAVE: Webcam. Análise de Fluxo. Vídeo digital. Sinal transitório. Fósforo.

ABSTRACT

Knowing the level of available P in farmland is very important to manage the phosphorus supply by soils. Consequently, the accurate determination of phosphorus species in soils is essential. Use of the webcam presents a high potential for analysis in the visible region of the electromagnetic spectrum, and the proposed strategy constitutes itself in a promising alternative to traditional absorbance measurements relying on conventional equipment. In this work, a chemistry analysis system employing webcam as detector was applied to determine PO_4^{3-} amounts in soil (Mehlich-I extract), by using procedure based on blue molybdenum method (AOAC, 1995) adapted to the flow system. The typical transient signal inherent to the flow system was obtained using a digital video and quantified by the ImageJ, freeware software. The dynamical concentration range for phosphorus determination were 0.5 - 5.0 mg L^{-1} P- PO_4^{3-} , with R.S.D < 5%. Limit of detection and analytical frequencies was 0.08 mg L^{-1} , and 52 h^{-1} , respectively. The results obtained in the analyzes with the proposed system were in agreement with those obtained using spectrophotometric detection at a 95% confidence level. The use of the flow system associated with webcam detection (digital images) was shown to be a promising alternative for traditional absorbance measurements using conventional equipment in the determination

Recebido: 18 out. 2018.

Aprovado: 04 out. 2018.

Direito autorial:

Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



of phosphorus in soilsamples.

KEYWORDS: Webcam. Flow Analysis.Video digital. Transientsignal.Phosphorus.

INTRODUÇÃO

A análise química do solo é um dos métodos quantitativos mais utilizados para diagnosticar a fertilidade do solo. E apresenta vantagens como: baixo custo operacional das análises e a possibilidade de planejar a recomendação de doses de adubos e corretivos que devem ser aplicados antes da implantação da cultura (SILVA; EIRA; BARRETO; PEREZ, 1998).Normalmente os sistemas de análise em fluxo são desenvolvidos com o objetivo de automatizar os procedimentos analíticos e deste modo obter uma maior frequência analítica (SANTOS, 2013).

A utilização de sistemas em fluxo com detecção baseada em imagens digitais pode ser uma alternativa promissora, ao uso de espectrofotômetros na obtenção dos sinais analíticos, principalmente relacionados ao custo e a possibilidade de miniaturização do sistema de detecção.

Desta forma propôs-se neste trabalho, análise de macro e micronutrientes, matéria orgânica e pH, empregando métodos clássicos de análise. Estes resultados estão sendo empregados nos estudos realizados pelo grupo de Pesquisa do Prof. Dr. Claudio Bazzi, da UTFPR-MD, em parceria com a UNIOESTE e ESALQ-USP, no projeto intitulado: “Métodos Agronômicos e Estatísticos de Geração de Unidades de Manejo em Soja e Milho”. Também foi proposto um procedimento analítico em fluxo, com detecção por webcam, na determinação de fósforo em extrato de solo.

METODOLOGIA

Para realização das análises, macro, micro, matéria orgânica e pH, em 115 amostras de solo, foram utilizados protocolos de análise propostos pela EMBRAPA (2011).

SISTEMA EM FLUXO NA DETECÇÃO EM FÓSFORO COM WEBCAM EM EXTRATOS DE AMOSTRAS DE SOLO

Com base nas análises de fósforo por método colorimétrico, foi proposto o uso da webcam na análise em fluxo para determinação de fósforo em extratos de solo.

O sistema em fluxo é composto por 4 válvulas solenoides de 3 vias (Nresearch – T 161T031) que regulam amostra, reagente, carregador e descarte, uma bomba peristáltica ISMATEC® modelo C.P. 78016-20 regulada com fluxo em 1,7ml/min, um sistema fechado contendo uma webcam SATE® modelo USB2.0 Camera, uma cubeta de acrílico, um computador com sistema de controle e regulagem programável das válvulas e o software PdiPROJ9.0 para coleta das imagens e posteriormente o fornecimento automático do valor da norma (sinal analítico).

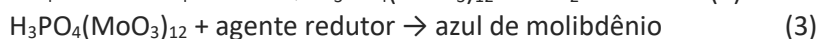
O sistema de acionamento das válvulas solenoides do sistema em fluxo, foi feito a partir do Sistema de Gerenciamento do Reações (SisGeR), com o qual foi possível determinar uma sequência de acionamento das válvulas.

Para maior rapidez na obtenção dos resultados (sinal da norma) foi desenvolvido o software PdiProj9.0 que calcula o valor da norma (equação 1), mostra automaticamente os resultados em sua interface e ao final da análise gera uma tabela com os valores de RGB detectados e o valor da norma correspondente.

$$\sqrt{(R - BRANCO)^2 + (G - BRANCO)^2 + (B - BRANCO)^2} \quad (1)$$

RESULTADOS E DISCUSSÕES

O método da AOAC (1995) o qual foi usado como referência para o método proposto é um dos mais recomendados para a determinação de fósforo e consiste na formação do ácido molibdofosfórico (equação 2) que por redução produz um complexo de coloração azul (equação 3). O agente redutor empregado é o ácido ascórbico.



O método proposto de análise de utiliza da reação proposta pela NBR 12772 (1992), na qual a única diferença é que o ácido ascórbico também está em solução, desta forma a reação pode ocorrer em fluxo, sem alterações nas equações 2 e 3.

Com uma curva analítica estabelecida e com o cálculo da reta, é possível então calcular a concentração de fósforo das amostras de solo a partir dos valores da norma fornecidos pelo software PdiPROJ9.0.

A partir disto obtemos os seguintes resultados demonstrados na tabela 1.

Tabela 1. Resultados para as análises de P realizadas em sistema em fluxo e realizadas pelo método de referência.

Amostras	Procedimento proposto PO ₄ ³⁻ (mg/L)	Método do Azul de P- molibdênio (AOAC,1995) (mg/L)	Erro (%)
Solo Irati material de referência	16,9	20,9	19,1
Amostra de solo1	18,9	20,7	8,7
Amostra de solo 2	23,4	25,4	7,9
Amostra de solo 3	14,4	17,01	15,3
Amostra de solo 4	27	25,4	6,3
Amostra de solo 5	19,1	21,3	10,3
Amostra de solo 6	17,2	20,9	17,7
Amostra de solo 7	11,1	10,1	9,9
Amostra de solo 8	17,4	21,3	18,3
Amostra de solo 9	14,9	16,5	9,7
Amostra de solo 10	10,8	11,3	4,4
Amostra de solo 11	15,4	18,3	15,8



Material de referência P - PO ₄ ³⁻	de	0,7	0,5	40,0
--	----	-----	-----	------

Fonte: AUTORES, 2018.

Tendo que os resultados do método proposto ficaram relativamente próximos aos valores encontrados no método de referência, foram calculadas algumas figuras de mérito: a linearidade foi de 0,5- 5 mg/L, a frequência de amostragem foi de 30 determinações/h, o limite de detecção foi de 0,03mg/L e o limite de quantificação foi de 0,07 mg/L.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nas análises com o sistema proposto ficaram em acordo com os obtidos por detecção espectrofotométrica com um nível de confiança de 95%. O uso do sistema em fluxo associado com a detecção por webcam mostrou ser uma alternativa promissora para medidas de absorbância tradicionais na determinação de fósforo em amostras de solo.

SUGESTÕES FUTURAS

Uso da webcam em sistema em fluxo para determinação sequencial de outros analitos e em outras matrizes.

REFERÊNCIAS

SILVA, F. C. da; EIRA, P. A. da; BARRETO, W. de O.; PEREZ, D. V.; SILVA, C. A. Manual de métodos de análises químicas para avaliação da fertilidade do solo. 1998. Embrapa Solos. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/solos/busca-de-publicacoes/-/publicacao/335210/manual-de-metodos-de-analises-quimicas-para-avaliacao-da-fertili%20dade-do-solo>>. Acesso em: 07 ago. 2018.

SANTOS, Jorge Luís Oliveira. ESTRATÉGIAS ANALÍTICAS PARA DETERMINAÇÃO DE NITRITO E NITRATO EM MATRIZES AMBIENTAIS E ALIMENTÍCIAS, EMPREGANDO ANÁLISE DE IMAGENS DIGITAIS. UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA - INSTITUTO DE QUÍMICA - PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM QUÍMICA. Salvador, 2013. Disponível em: <https://repositorio.ufba.br/ri/bitstream/ri/15799/1/DISSERTA%20%C3%87AO_JORGE%20LUIS%20OLIVEIRA%20SANTOS_PPGQ_UFBA.pdf>. Acesso em: 07 ago. 2018.

AOAC. Official methods of analysis of AOAC international. 16^a ed. Cap. 2 e 3. CUNIFF P. (Ed.). Arlington. AOAC International, p.984, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 12772: Determinação de fósforo, Rio de Janeiro, 1992. p.18.

MORE: Mecanismo online para referências, versão 2.0. Florianópolis: UFSC Rexlab, 2013. Disponível em: <<http://www.more.ufsc.br/>>. Acesso em: 07 ago. 2018.



AGRADECIMENTOS

Agradecemos as instituições de fomento: CAPES, CNPQ, FINEP, FUNDAÇÃO ARAUCÁRIA e UTFPR/MEDIANEIRA.

Agradecimentos ao grupo de pesquisa do Prof. Dr. Claudio Bazzi, pelo fornecimento das matrizes e ao grupo de pesquisa LAITEC (Laboratório de Análise Instrumental e Tecnologia Química).