

Determinação de matéria seca e umidade em solos e plantas com forno de microondas doméstico

Resumo

Com o objetivo de reduzir o tempo de secagem de amostras de solos, gramíneas e silagens, foi desenvolvido um procedimento rápido e eficiente para a determinação do teor de matéria seca e de umidade em laboratórios de rotina, empregando forno de microondas doméstico. O procedimento proposto utiliza aproximadamente 15 g de amostra de solos e 20 g de amostra de forrageiras e silagens, picadas ou trituradas imediatamente após a coleta, para melhor homogeneização e maior representatividade. A secagem de solos em estufa (método normalmente empregado) requer pelo menos 12 horas para a completa desidratação, o que é obtido em cerca de 10 min quando a secagem é assistida por radiação de microondas. Para amostras de forrageiras e silagens, o tempo de secagem em estufa à temperatura de 105°C é de aproximadamente 12 horas e a temperatura de 65°C, ao redor de 72 horas, sendo que essa secagem pode ser realizada com radiação de microondas em 14 min. Quando comparada à secagem convencional, o emprego do forno de microondas apresentou alta correlação ao nível de 95% de confiança, com baixos coeficientes de variação (< 2%).

Introdução

Um método rápido e confiável para determinação do teor de umidade e de matéria seca em amostras de solo, planta e silagem pode representar economia de tempo e energia, comparando-se com os métodos usualmente empregados para esses propósitos. Diversos trabalhos já foram descritos na literatura comparando a secagem por radiação de microondas com a realizada em estufa com circulação forçada de ar, em amostras variadas, como tomate, queijo, carnes, milho e forragem (Click & Baker, 1980; Verma & Noomhorm, 1983; Smith, 1983, AOAC, 1995a; AOAC 1995b). Chin et al. (1985) realizaram um estudo colaborativo entre 14 laboratórios procurando padronizar os resultados de secagem de tomate, a partir de amostras com diferentes teores de sólidos

dissolvidos, encontrando resultados aproximados e comparáveis com o método oficial, que emprega secagem a vácuo. Em comum, esses trabalhos empregam forno de microondas caseiro e não há preocupação com relação à calibração do forno, para que haja correta transposição do método.



33

**Circular
Técnica**

São Carlos, SP
Dezembro, 2002

Autores

Gilberto Batista de Souza

Técnico de Nível Superior da
Embrapa Pecuária Sudeste,
Rod. Washington Luiz, km
234, C.P. 339, CEP:
13560-970, São Carlos,
SP. Endereço eletrônico:
gilberto@cppsse.embrapa.br.

Ana Rita de Araujo Nogueira

Pesquisadora da Embrapa
Pecuária Sudeste, Rod.
Washington Luiz, km 234,
C.P. 339, CEP: 13560-
970, São Carlos, SP.
Endereço eletrônico:
anarita@cppsse.embrapa.br.

Joaquim Bartolomeu Rassini

Pesquisador da Embrapa
Pecuária Sudeste, Rod.
Washington Luiz, km 234,
C.P. 339, CEP: 13560-
970, São Carlos, SP.
Endereço eletrônico:
rassini@cppsse.embrapa.br.

As microondas são ondas eletromagnéticas e, como tais, portadoras de energia. Cobrem a faixa de frequência do espectro eletromagnético que varia de 300 a 300.000 MHz, correspondendo à faixa de comprimentos de onda de 1 cm a 1 m (Fig. 1). De acordo com o regulamento da Comissão Federal de Comunicações e das Leis Internacionais de Rádio, somente quatro frequências são permitidas para uso industrial, científico e doméstico: 915, 2450, 5800 e 22125 MHz. Os fornos de microondas comerciais fabricados para uso doméstico ou para laboratórios empregam microondas de 2450 MHz (Kingston & Jassie, 1988; Krug et al., 2000). A potência gerada por um forno de microondas do tipo doméstico ou analítico cobre a faixa de 600 a 700 W, mas alguns equipamentos modernos operam com a potência de 1.100 W o que, em outras palavras, significa o fornecimento de até $15.774 \text{ cal min}^{-1}$ ($1 \text{ kW} = 239 \text{ cal s}^{-1}$).

Os fornos de microondas são compostos, basicamente, pelos seguintes componentes:

a) Magnetron – dispositivo no qual as microondas são geradas.

b) Guia de ondas – construído de metal, tem paredes refletoras para o direcionamento das microondas produzidas no magnetron para o interior da cavidade do forno.

c) Cavidade – espaço interno do forno, onde as amostras são colocadas para serem irradiadas. Possui paredes refletoras, a fim de que haja maior aproveitamento da energia contida nas microondas e deve ser totalmente selada, para evitar vazamentos, que poriam em risco o operador.

Princípio de funcionamento do forno de microondas: o magnetron emite ondas

eletromagnéticas através de uma antena, sendo as ondas produzidas conduzidas pelo guia de ondas até a cavidade contendo o material a ser aquecido. A fim de proteger o magnetron, toda radiação não absorvida é refletida pelas paredes da cavidade na direção de um guia de ondas secundário, onde o excesso de energia é dissipado. O aquecimento de um material por radiação de microondas é devido à interação da onda eletromagnética com o dipolo elétrico da molécula. Envolve princípios físico-químicos, tais como: temperatura, capacidade calorífica, ligação química, estrutura molecular e constante dielétrica (Kingston & Jassie, 1988).

A absorção da radiação das microondas por íons dissolvidos e pelos solventes (p. e., água) provoca aumento considerável na temperatura em curto espaço de tempo, que se deve principalmente a dois mecanismos: **rotação de dipolos** e **migração iônica**.

A rotação de dipolos refere-se ao efeito que o campo elétrico oscilante das microondas causa às moléculas da amostra, que possuem momento dipolar induzido ou permanente. Quando um campo é aplicado, as moléculas, que possuem momento de dipolo elétrico tendem a se alinhar com o campo. Quando o campo que provocou a orientação dos dipolos moleculares é removido, ocorre relaxação dielétrica, isto é, as moléculas tendem a retornar ao estado anterior (menos alinhado) (Fig.2). Esse campo se alterna rapidamente, cerca de 5 bilhões de vezes por segundo para a frequência aplicada de 2450 MHz. Essa oscilação provoca considerável fricção intermolecular, resultando na geração de calor. Desta forma, os alimentos são aquecidos de dentro para fora, deixando frios o forno e o recipiente.

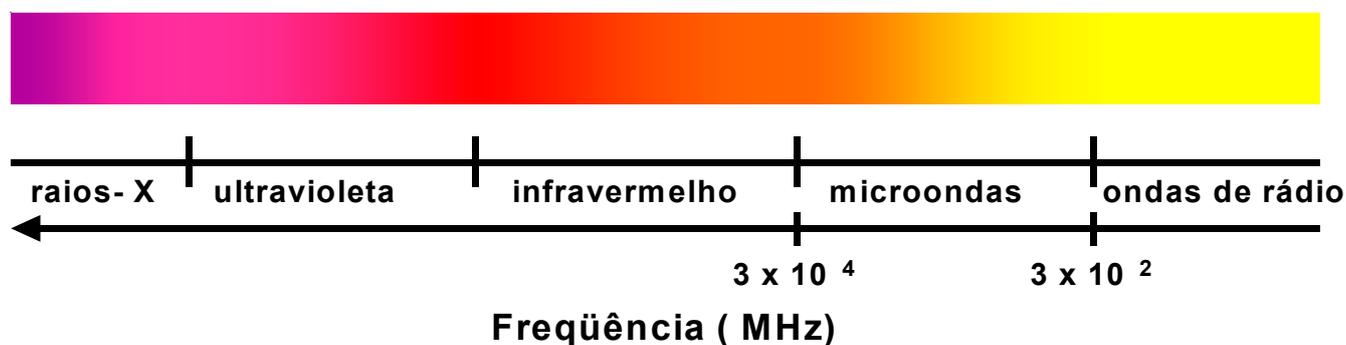


Fig. 1. Representação de uma parte do espectro eletromagnético.

Rotação de dipolo

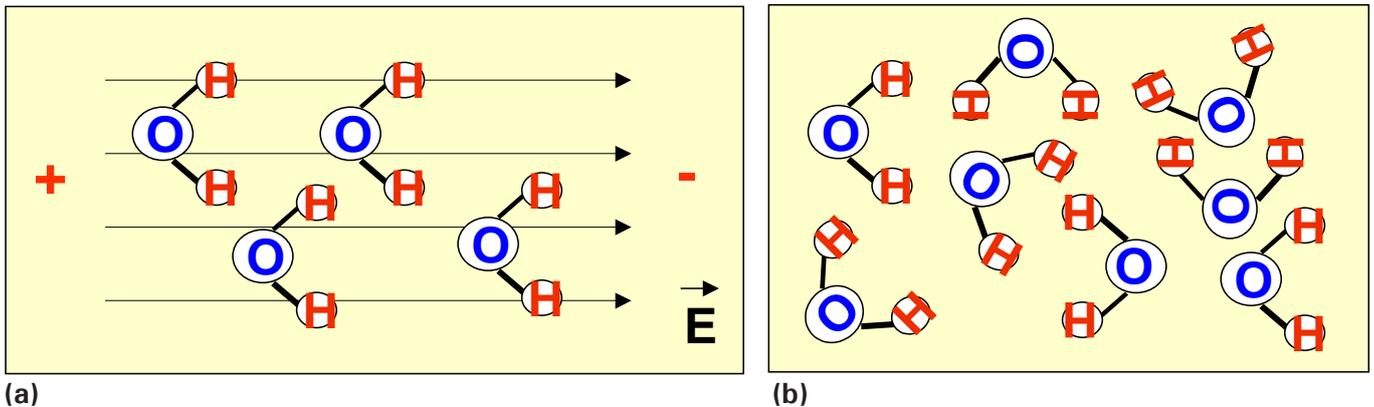


Fig. 2. Representação da resposta molecular a um campo eletromagnético. (a) moléculas polarizadas alinhadas com os pólos do campo eletromagnético; (b) desordem termicamente induzida quando o campo eletromagnético é alterado.

Migração iônica

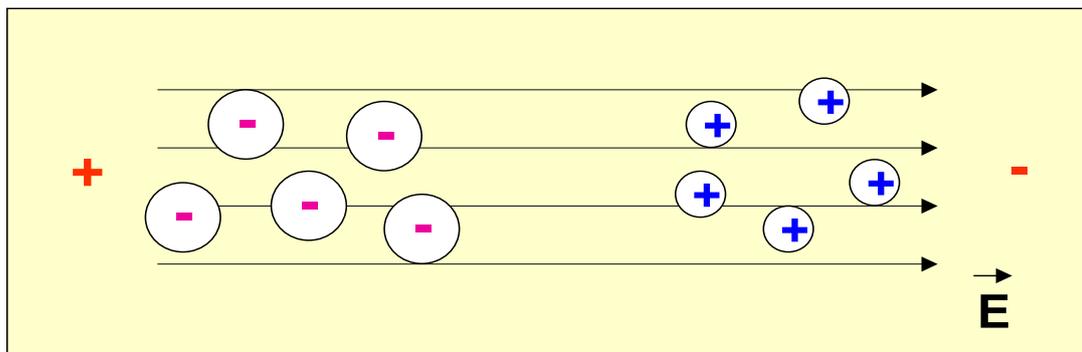


Fig. 3. Representação esquemática da migração iônica.

A migração iônica consiste no movimento eletroforético dos íons de um lugar para outro no interior da amostra causado pelas interações entre as espécies iônicas e o campo magnético oscilante das microondas (Fig. 3). O deslocamento dos íons produz fluxo de corrente, cujo movimento sofre resistência causada por outras espécies com fluxo oposto, resultando no aumento da temperatura do meio (Krug et al., 2000).

Os dois mecanismos permitem aquecimento das soluções de modo muito mais eficaz e mais rápido do que nos procedimentos

em que a transferência de calor se dá por irradiação ou convecção. Esse modo de aquecimento é tão rápido que, em recipientes abertos, o processo de vaporização pode dissipar todo o excesso de energia, resultando soluções "superaquecidas", que podem atingir temperaturas mais altas do que os seus pontos de ebulição. Como exemplo, soluções aquosas podem alcançar temperatura até 5°C superior ao ponto de ebulição esperado. Em solventes como a acetonitrila, pode ocorrer aumento de até 13°C (Kingston & Haswell, 1997).

Formas de aquecimento

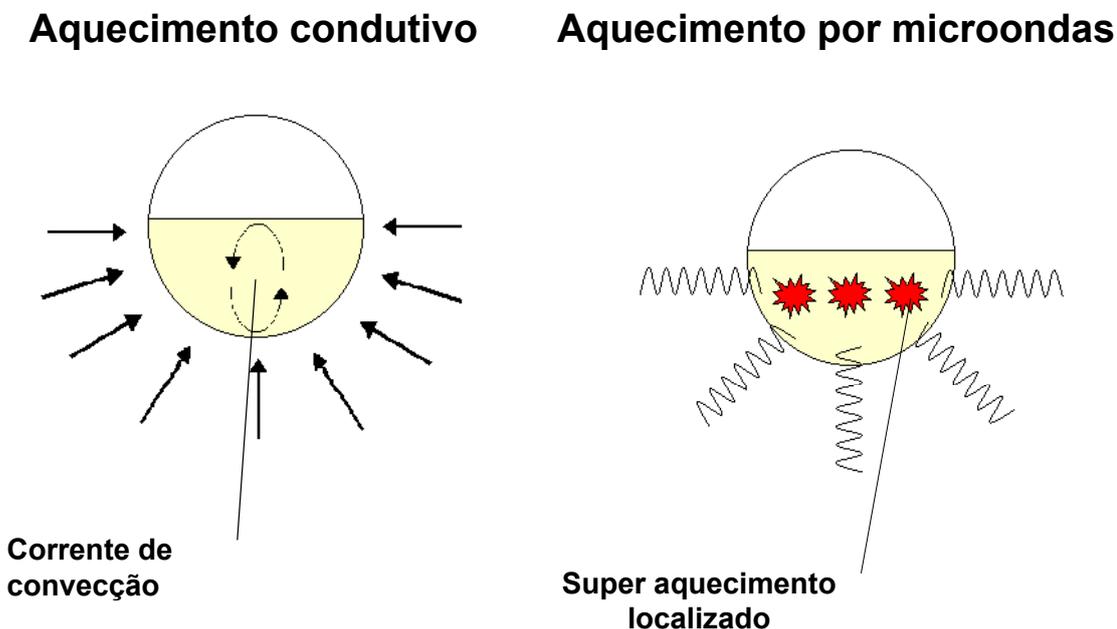


Fig. 4. Visão pontual sobre as formas de aquecimento condutivo e por microondas.

Para aproveitar as características favoráveis de rápido aquecimento, diversos métodos que empregam radiação de microondas vêm sendo propostos em laboratórios químicos desde a década de 70 (Abu-Samra et al., 1975), envolvendo preparo de amostras, síntese, extrações, secagem, etc. (Kingston & Jassie, 1988; Zlotorzynski, 1995; Wong et al., 1997; Kingston & Haswell, 1997). Equipamentos especiais, construídos visando especialmente à segurança, são comercializados, tais como o Ethos 1600 (Milestone, Itália), o Mars 5 (CEM, EUA) e o Multiwave (Anton Parr, Áustria). No mercado também é encontrado forno dedicado, exclusivamente para a determinação de umidade (Smart - CEM, URL 2003).

O fornecimento de dados relacionados ao teor de matéria seca ou umidade muitas vezes deve ser rápido e confiável, pois a partir dessa informação algumas ações devem ser tomadas. Um exemplo está relacionado à irrigação, se há ou não necessidade de se dar continuidade à adição de água em dada cultura; ou em amostras de plantas para silagem. Para serem ensiladas, as plantas devem conter valor de umidade pré-definido, que será determinado após a desidratação do material.

Neste trabalho é proposto o uso de forno de microondas na secagem de amostras de solo e plantas, fornecendo respostas sobre umidade em tempo bastante curto, que permitem atuação rápida no campo, evitando perdas e otimizando as ações.

Materiais e Métodos

Materiais

- Forno de microonda doméstico
- Balança analítica
- Frasco dessecador com placa de porcelana e sílica-gel com indicador de umidade
- Béqueres de polietileno ou polipropileno, com capacidade para 250 mL e 1,0 L
- Balão volumétrico, com capacidade de 1,0 L

Método

1. Calibração do forno de microondas

A calibração do forno de microondas é importante, pois possibilita verificar a reprodutibilidade de aquecimento do forno e também conhecer o valor da temperatura e de potência real de trabalho (em geral a potência nominal máxima fornecida pelos fabricantes de fornos domésticos é de 700 W).

As seguintes etapas devem ser executadas (Silva e Souza, 2000):

1. Equilibrar um grande volume de água à temperatura ambiente ($23 \pm 2^\circ\text{C}$).
2. Pesar 1 kg de água (1000,0 g \pm 0,1 g) em um frasco ou béquer de fluorcarbono (polipropileno ou policarbonato), ou algum outro material que não absorva significativamente energia de microondas (vidros absorvem microondas e não são recomendados). Pode-se usar a medida de 1,0 L de água em balão volumétrico.
3. Medir a temperatura inicial da água (T_i), que deve ser de $23 \pm 2^\circ\text{C}$, com precisão de $\pm 0,05^\circ\text{C}$.
4. Colocar o béquer, coberto, para aquecer no prato do forno de microondas durante 2 min (120 s) à potência indicada como máxima (100%).
5. Remover o béquer e agitar a água vigorosamente. Registrar a temperatura (T_f) dentro de no máximo 30 segundos após terminado o aquecimento, com precisão de $\pm 0,05^\circ\text{C}$.
6. Substituir a água aquecida por outra à temperatura ambiente.
7. Repetir as etapas 2, 3, 4, 5 e 6 para 80, 60, 40 e 20% de potência.
8. Devem ser realizadas três medidas a cada potência.
9. Calcular a potência da unidade de microondas de acordo com a equação:

$$P = \frac{K C_p m \Delta T}{t}$$

P = potência aparente absorvida pela amostra em watts (W - joule sec^{-1})
 K = fator de conversão: cal/s \rightarrow W (4,184 W.s/cal)
 C_p = capacidade calorífica, capacidade térmica ou calor específico (1,00 cal/g. $^\circ\text{C}$) da água
 m = massa da amostra de água, em gramas (g)
 ΔT = temperatura final menos temperatura inicial ($^\circ\text{C}$)
 t = tempo em segundos (s)

Com o emprego das condições experimentais descritas, 2 min e 1 kg de água destilada (capacidade calorífica a $25^\circ\text{C} = 0,9997 \text{ cal g}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), a equação de calibração pode ser simplificada para:

$$P = 34,86\Delta T$$

Essa equação deve ser avaliada periodicamente. Caso mudança significativa seja detectada (± 10 W), a calibração deve ser refeita.

NOTA: A tensão nominal da rede não deve apresentar variação superior a ± 2 V, para que a calibração seja correta. Estabilizador deve ser utilizado caso haja instabilidade na rede elétrica.

Procedimento

Após a calibração, foram efetuados diferentes testes e levantadas curvas para verificação da potência necessária para a secagem dos materiais estudados (Verma & Noomhorm, 1983; Smith, 1983). A seguir é descrito o procedimento final, obtido para as amostras de solos, forragem e silagem:

- 1- Determinação dos teores de matéria seca (% MS) e de umidade (% UM) em amostras de silagem e de forragens frescas.
 - Pesar o béquer de 250 mL (peso A).
 - Pesar 20 g de silagem ou capim picado (peso B).
 - Secar em forno de microondas doméstico com a seguinte rampa de aquecimento: 3 min a 165 watts, 6 min a 626 watts e 5 min a 338 watts.

NOTA: Estes valores se referem a; 20%, 100% e 50% respectivamente da potência do forno de microondas utilizado durante o desenvolvimento deste método, que, após calibração, apresentou a seguinte equação:
 P (watts) = $5,755 \times (\% \text{ potência}) + 50,300$; $r^2 = 0,9963$.

- Retirar os frascos do forno, esperar esfriar em dessecador e pesar a amostra seca (peso C).
- O procedimento deve ser realizado em duplicata.
- Cálculos:

$$MS (\%) = \frac{(C - A) \times 100}{(B - A)}$$

$$UM (\%) = 100 - MS (\%)$$

- Retirar os frascos do forno, esperar esfriar em dessecador e pesar a amostra seca (peso C).
- O procedimento deve ser realizado em duplicata.
- Cálculos:

$$MS (\%) = \frac{(C - A) \times 100}{(B - A)}$$

$$UM (\%) = 100 - MS (\%)$$

2- Determinação do teor de matéria seca (% MS) e de umidade (% UM) em amostras de solos.

- Pesar o béquer de 250 mL (peso A).
- Pesar 15 g de amostra de solo (peso B).
- Secar em forno de microondas doméstico com a seguinte rampa de aquecimento: 7 min a 626 watts e 3 min a 338 watts.

NOTA: Estes valores que se referem a: 100% e 50% respectivamente, da potência do forno de microondas utilizado para o desenvolvimento deste método.

Resultados e Discussão

Os resultados apresentados nas Tabelas 1 e 2 foram obtidos a partir de secagem em estufa a 105°C e em forno de microondas doméstico, tanto para amostras de solos como para amostras de plantas (silagens e gramíneas verdes) e apresentaram correlação significativa e baixos desvios-padrão entre as repetições. Nas Fig. 5 e 6 estão representadas as correlações lineares entre os dois métodos. Para as amostras de solos, a equação obtida foi:

$$y = 0,492 + 0,987 \times$$

e para as amostras de plantas foi obtida a seguinte equação:

$$y = 1,858 + 0,930 \times$$

Tabela 1. Teores de matéria seca (% MS) e umidade (% UM) em amostras de solos secos em estufa a 105°C e em forno de microondas.

Amostras de solos	% MS		% UM	
	Estufa (105°C)	Forno de microondas	Estufa (105°C)	Forno de microondas
A	99,69 ± 0,12	99,50 ± 0,10	0,31 ± 0,12	0,50 ± 0,10
B	89,70 ± 0,06	88,58 ± 0,73	10,31 ± 0,06	11,42 ± 0,73
C	87,92 ± 0,37	87,56 ± 0,05	12,08 ± 0,37	12,44 ± 0,05
D	84,15 ± 0,20	84,12 ± 0,60	15,85 ± 0,20	15,88 ± 0,60
E	80,24 ± 0,25	80,12 ± 0,16	19,76 ± 0,25	19,88 ± 0,16
F	84,03 ± 0,15	84,27 ± 0,06	15,97 ± 0,15	15,73 ± 0,06
G	83,83 ± 0,21	84,00 ± 0,40	16,17 ± 0,21	16,00 ± 0,40
H	84,15 ± 0,20	84,30 ± 0,82	15,85 ± 0,20	15,70 ± 0,82
I	90,70 ± 0,06	89,04 ± 0,51	9,30 ± 0,06	10,96 ± 0,51
J	99,76 ± 0,08	99,55 ± 0,07	0,24 ± 0,08	0,45 ± 0,07

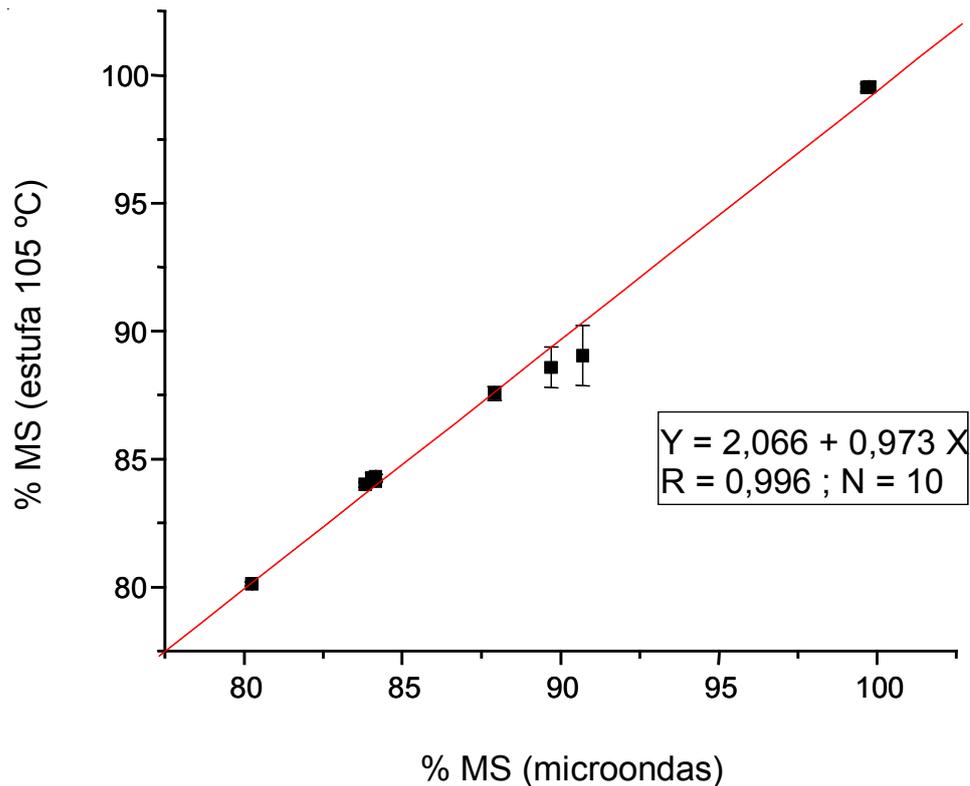


Fig. 5. Gráfico de correlação entre os métodos para a determinação de matéria seca em amostras de solos.

Tabela 2. Teores de matéria seca (% MS) e umidade (% UM) em amostras de plantas secas em estufa a 105°C e em forno de microondas doméstico.

Amostras de plantas	% MS		% UM	
	Estufa (105°C)	Forno de microondas	Estufa (105°C)	Forno de microondas
Milho, antes da ensilagem – 1	29,07 ± 0,52	30,31 ± 0,63	70,93 ± 0,52	69,69 ± 0,63
Milho, antes da ensilagem – 2	34,63 ± 0,44	34,57 ± 0,53	65,37 ± 0,44	65,43 ± 0,53
Milho, antes da ensilagem – 3	36,94 ± 1,21	37,60 ± 1,04	63,06 ± 1,21	62,40 ± 1,04
Milho, antes da ensilagem – 4	32,45 ± 0,23	33,06 ± 1,71	67,55 ± 0,23	66,94 ± 1,71
Capim mombaça	19,31 ± 0,39	19,23 ± 0,33	80,69 ± 0,39	80,77 ± 0,33
Capim-napier – 1	21,97 ± 0,92	23,28 ± 0,72	78,03 ± 0,92	76,72 ± 0,72
Capim-napier – 2	18,87 ± 1,14	17,20 ± 0,85	81,13 ± 1,14	82,80 ± 0,85
Silagem de capim – mombaça	24,74 ± 0,46	23,78 ± 0,29	75,26 ± 0,46	76,22 ± 0,29
Silagem de milho	32,40 ± 0,65	31,94 ± 0,70	67,60 ± 0,65	68,06 ± 0,70
Silagem de capim – mombaça	37,61 ± 0,38	38,66 ± 0,63	62,39 ± 0,38	61,34 ± 0,63

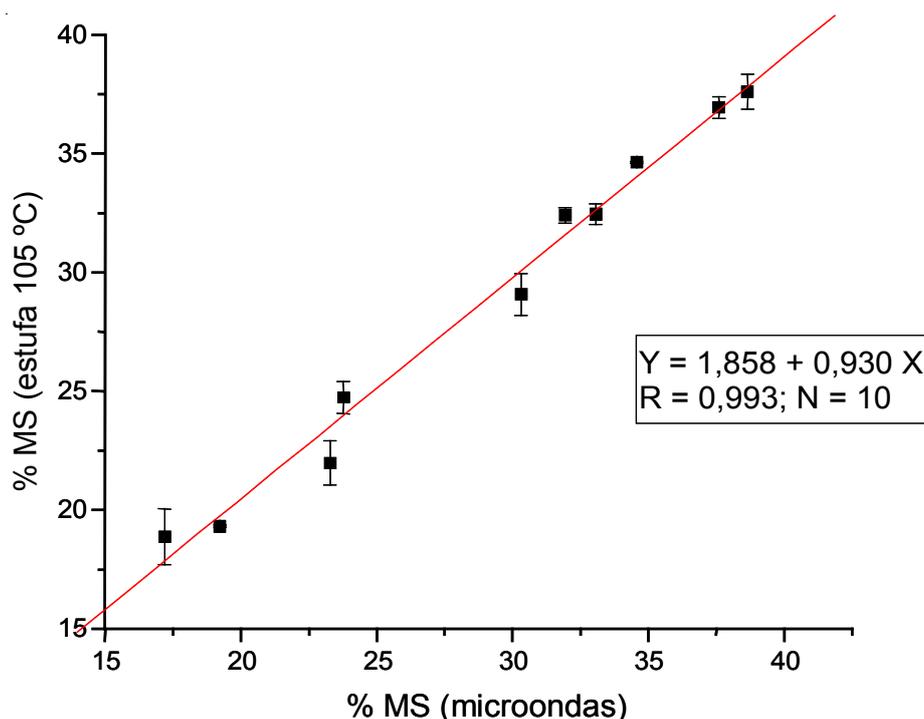


Fig. 6. Gráfico de correlação entre os métodos para a determinação de matéria seca em amostras de plantas.

Com base nesses resultados, é possível antever a potencialidade do emprego de aquecimento assistido por microondas na determinação do teor de umidade e de matéria seca em solos e plantas. Com o procedimento proposto, elimina-se o tempo gasto na secagem, além de diminuir o consumo de energia. A calibração permite o emprego da mesma energia de aquecimento em diferentes equipamentos.

Recomendações Adicionais:

Deve ser observado que este método é proposto apenas para verificação do teor de umidade e de matéria seca, razão pela qual pode ser empregado forno de microondas doméstico. Nunca retirar a proteção metálica existente na porta do equipamento. O uso desse tipo de forno para o preparo de amostras, empregando ácidos, deve ser evitado, por razões de segurança. Quando um ácido, como o ácido nítrico, é empregado na digestão de amostra em microondas, seja em frascos abertos ou frascos fechados equipados com sistema de liberação de pressão, ocorre o desprendimento de gases, que corrompem os sistemas de segurança que protegem o magnetron e desligam o equipamento quando a porta está aberta, podendo expor o operador à energia das microondas.

Atualmente existem no mercado diversos fabricantes que fornecem fornos específicos para utilização em laboratórios. Esses equipamentos são dotados de todas as proteções adequadas para funcionamento seguro. Existem inúmeras recomendações operacionais específicas, fornecidas pelos fabricantes dos equipamentos de uso em laboratórios. A descrição desses cuidados está fora do escopo deste documento, sugerindo-se a consulta de publicações específicas sobre operação segura dos equipamentos e frascos adequados para cada necessidade.

Conclusões

O procedimento proposto apresenta-se como uma alternativa ao método convencional de secagem, que demanda de 12 até 72 horas, sendo que as principais vantagens são a redução no consumo de energia e a significativa redução no tempo de secagem, que é de 12 até 72 horas no procedimento convencional, e de 10 ou 14 min quando se deseja secar, respectivamente, solo ou planta, no procedimento assistido por microondas.

Referências Bibliográficas

AOAC Official Method 977.11: Moisture i Cheese, In: CUNNIF, P. (Ed.) **Official Methods of analysis of APAC International**. Arlington, VA: Association of Official Analytical Chemists International, 1995.

AOAC Official Method 985.14 Moisture in Meat and Poultry Products In: CUNNIF, P. (Ed.) **Official Methods of analysis of APAC International**. Arlington, VA: Association of Official Analytical Chemists International, 1995.

CEM – Disponível em <<http://www.cem.com>> acessado em: 22 de Dezembro 2002.

CHIN, H. B.; KIMBALL, J. R.; HUNG, J.; ALLEN, B. Microwave oven drying determination of total solids in processed tomato products: Collaborative study. **Journal of Association Analytical Chemistry**, v.68, n.6, p.1081-1083, 1985.

CLICK, L. S.; BAKER, C. J. **Moisture determination of agricultural products using a microwave oven**. ASAE paper n. 80-3050, ASAE, St. Joseph, MI 49085.

JIN, Q.; LIANG, F.; ZHANG, H.; ZHAO, L.; HUAN, Y.; SONG, D. Application of microwave techniques in analytical chemistry. **Trends in Analytical Chemistry**, v.18, n.7, p.479-484, 1999.

KINGSTON, H. M.; JASSIE, L. B. (Ed.) **Introductiron to Microwave Sample Preparation – Theory and Practice**. Washington: ACS Professional Reference Book, 1988. 263p.

KINGSTON, H. M.; HASWELL S. J. (Ed.) **Microwave-Enhanced Chemistry – Fundamentals, Sample Preparation and Applications**. Washington: ACS Professional Reference Book, 1997. 772p.

KRUG, F. J. (Ed.) **WORKSHOP SOBRE PREPARO DE AMOSTRAS - MÉTODOS DE DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS**, 3., 2000, São Carlos, SP. **Anais...** São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2000. 149p.

LAMBLE, K. J.; HILL, S.J. Microwave Digestion Procedures for Environmental Matrices. **Critical Review. Analyst**, v.123, p.103R-133R, 1998.

MILESTONE, Disponível em <<http://www.milestone.com>> acessado em: 18 de dezembro de 2002.

SILVA, F.; SOUZA, S. S. Calibração de forno de microondas - Experimento 1. In: **WORKSHOP SOBRE PREPARO DE AMOSTRAS - MÉTODOS DE DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS**, 3., 2000, São Carlos, SP. **Anais...** São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2000.

SMITH, M. C. The feasibility of microwave ovens for drying plant samples. **Journal of Range Management**, v.36, n.5, p.676-677, 1983.

VERMA, L. R.; NOOMHORM, A. Moisture determination by microwave drying, **Transactions of the ASAE**, v.26, n.3, p.935-939, 1983.

WONG, M.; GU, W.; NG, T. Sample preparation using microwave assisted digestion or extraction techniques, **Analytical Science**, v.13, p.97-99, 1997.

ZLOTORZYNSKI, A. The application of microwave radiation to analytical and environmental chemistry. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v.25, n.1, p.43-47, 1995.

Apoio:



Circular Técnica, 33

Ministério da Agricultura,
Pecuária e Abastecimento



Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Pecuária Sudeste
Endereço: Rod. Washington Luiz, km 234
Fone: (16) 261-5611
Fax: (16) 261-5754
Endereço eletrônico: sac@cppse.embrapa.br

1ª edição
1ª impressão (2002): 1000 exemplares

Comitê de publicações

Presidente: *Edison Beno Pott*.
Secretário-Executivo: *Armando de Andrade Rodrigues*.
Membros: *Ana Cândida Primavesi, Carlos Roberto de Souza Paino, Sônia Borges de Alencar*.

Expediente

Revisão de texto: *Edison Beno Pott*
Editoração eletrônica: *Maria Cristina Campanelli Brito*.