REVISTA CIENTÍFICA ELETRÔNICA DE AGRONOMIA PERIODICIDADE SEMESTRAL – ANO I – EDIÇÃO NÚMERO 2 – DEZEMBRO DE 2002

Determinação de Material Orgânica no Solo por Espectrometria no Visível

Cássio Luís Fernandes de OLIVEIRA

Depto. de Agronomia - Faculdade de Agronomia e Engenharia Florestal de Garça – SP Lílian Meires PERMONIAN

Depto. de Agronomia - Faculdade de Agronomia e Engenharia Florestal de Garça - SP

RESUMO

Neste trabalho é proposto um método espectrofotométrico para determinação de matéria orgânica total em solos. O método consiste na oxidação total da matéria orgânica, por meio de uma solução de dicromato de potássio. O crômio no dicromato apresenta oxidação VI e a solução apresenta coloração laranja com máximo de absorção em 350,45 nm. Com a oxidação da matéria orgânica o crômio é reduzido passando a oxidação III. A diminuição da intensidade da coloração laranja da solução é determinado pelo uso de espectrofotômetro em um comprimento de onda específico. Testes preliminares demonstraram que a técnica é bastante útil, rápida e segura para determinação de matéria orgânica.

SUMMARY

In this work a spectroscopic method is proposed for determination of total organic matter in soils. The method consists of the total oxidation of the organic matter, through a solution of potassium dichromate. The chromium in the dichromate presents oxidation state of IV and the solution presents coloration orange with maximum of absorption in 350.45 nm. With the oxidation of the organic matter the chromium is reduced passing the oxidation III. The decrease of the intensity of the orange coloration of the solution is determined by the visible spectroscopy in a specific wavelength. Tests preliminaries demonstrated that the technique is quite useful, fast and secure for determination of organic matter.

1. INTRODUÇÃO

A matéria orgânica do solo representa um acervo de resíduos de animais e vegetais parcialmente decompostos e parcialmente sintetizados encontrando-se em contínua decomposição, resultante do trabalho de microorganismos do solo. É, portanto, um componente transitório e que deve ser continuamente renovado pela adição de resíduos vegetais e animais. Embora esteja em pequena quantidade percentual em peso de solo (2% a 6%), a sua importância é bem maior que este montante percentual indica. Os produtos finais da decomposição animal e vegetal resultam como fontes principais dos elementos químicos

enxofre e fósforo e sendo esta decomposição a única fonte de nitrogênio. A matéria orgânica ainda influencia as condições físicas do solo, aumentando a retenção de água, tão útil para o crescimento e desenvolvimento vegetal, além de facilitar o manuseio do solo. Ademais é a matéria orgânica que fornece condições bioquímicas para a sobrevivência e conseqüente atividade dos microorganismos do solo.

Os dois grupos principais de constituintes orgânicos do solo são o húmus e os tecidos vegetais e animais parcialmente decompostos. O húmus é um grupo de produtos mais resistentes à ação dos microorganismos e o tecido original é composto de raízes e copas dos vegetais superiores. O húmus possui natureza coloidal e geralmente possui cor preta ou marrom. Possui propriedades de retenção de água e íons nutrientes muito superiores à argila (BRADY, 1989).

Sendo a matéria orgânica item indispensável para o bom desenvolvimento de culturas agrícolas em geral e em virtude da necessidade de ser renovada, devido ao consumo contínuo das plantas, é mais que útil e justificável a análise deste constituinte no solo.

O método utilizado e citado para a determinação de matéria orgânica no solo, contido no Manual de Análises Químicas de Solos, Plantas e Fertilizantes, editado pela Embrapa Solos, inclui método volumétrico pelo dicromato de potássio. No ânion dicromato (Cr₂O₇²⁻), o Cr⁶⁺ oxida a matéria orgânica contida no solo, a gás carbônico (CO₂), enquanto sofre redução a Cr³⁺. A análise termina com a determinação titulométrica da quantidade de dicromato ainda não oxidado, por meio de sulfato ferroso amoniacal (sal de Mohr) (SILVA, 1999).

A técnica contém alguns inconvenientes, como a utilização excessiva do número de reagentes (ácido ortofosfórico e difenilamina) e do grande problema, quanto a viragem a ser observada na titulação, ser de azul para verde. Outro problema da técnica é a instabilidade da solução de sulfato ferroso amoniacal e o tempo necessário para as titulações.

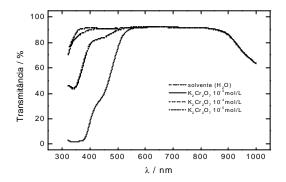
O objetivo deste trabalho é propor um método alternativo para a determinação de matéria orgânica no solo. Este método utiliza-se também de uma solução de dicromato de potássio para a oxidação da matéria orgânica do solo, porém a análise da quantidade de íons dicromato usado na oxidação do solo, é agora determinado pela técnica de Espectroscopia de Absorção na região do visível.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram usadas soluções aquosas de dicromato de potássio (K₂Cr₂O₇) nas concentrações 0,001; 0,0001; 0,00001; e 0,2 mol L¹. A água usada nos experimentos era destilada e o reagente de procedência Synth, PA. Os equipamentos usados foram: Banho Maria Tecnal, Balança Analítica Scientech, modelo SA210 e Espectrofotômetro UV-Visível FEMTO, modelo 432. Inicialmente, para determinação do espectro de absorção da solução, as medidas foram realizadas na faixa de 320 a 1000 nm. Todas as medidas experimentais foram realizadas à temperatura ambiente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As figuras 1 e 2 mostram espectros de absorção das soluções aquosas de concentrações 10⁻³, 10⁻⁴ e 10⁻⁵ mol L⁻¹ de K₂Cr₂O₇ e do solvente. Observa-se pelas figuras que o máximo de absorção das soluções ocorre próximo a 350 nm, indicado por uma seta na figura 2, o que está de acordo com o esperado e relatado na literatura (GONÇALVES, 1990). Observa-se pelas figuras 1 e 2 que o solvente praticamente não absorve na faixa de comprimentos de onda onde foram efetuadas as medidas. Pode-se observar ainda que a faixa de concentração onde a técnica mostra-se sensível é de 10⁻⁵ mol L⁻¹ e 10⁻³ mol L⁻¹. O espectro feito na concentração 10⁻⁵ mol L⁻¹, apresenta pouca absorção enquanto aquele da concentração 10⁻³ mol L⁻¹, apresenta transmitância mínima.



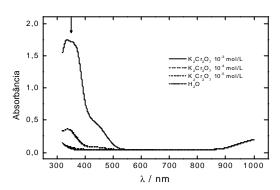


Figura 1 – Espectro de Transmitância para as soluções de dicromato de potássio ($K_2C\,r_2O_7$) de concentração 10^{-9} mol/L, 10^{-9} mol/L, 10^{-9} mol/L e solvente.

Figura 2 - Espectro de Absorção para as soluções de dicromato de potássio $(K_2Cr_2O_7)$ de concentração 10^{-3} mol/L, 10^{-4} mol/L, 10^{-5} mol/L e solvente.

A figura 3 mostra a absorbância em função da concentração da solução de dicromato de potássio para alguns comprimentos de onda, onde a solução apresenta absorção. Como era de se esperar pela Lei de Lambert-Beer, a relação entre a absorbância e a concentração mostrouse linear e deve estar relacionada pela expressão:

$$A = -\log T = \mathbf{e} \ b \ C = -\log \frac{I_0}{I} \tag{1}$$

onde A é a absorbância, T é a transmitância, e é a absortividade molar, b é o caminho óptico percorrido pela radiação eletromagnética de intensidade I e C é a concentração molar (mol L⁻¹) da espécie cromófora de interesse.

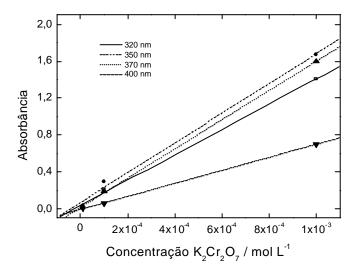


Figura 3 – Absorbância em função da concentração de dicromato de potássio em diferentes comprimentos de onda na zona de absorção da solução.

As curvas da figura 3 também podem ser chamadas de curvas de calibração. A partir destas curvas pode-se chegar a valores de concentração de dicromato de soluções desconhecidas. A obtenção da absorbância, que determinada solução de concentração de dicromato desconhecida possui, é fácil e rápida. Colocando na curva de calibração a absorbância desta solução desconhecida, chega-se rapidamente à concentração de dicromato.

Pelo exposto no parágrafo anterior e para testar a utilidade do método proposto, foi feito teste preliminar com uma amostra de solo. Para tal, foi repetido o procedimento citado na literatura (SILVA, 1999), ou seja, foi tomado 1 grama de terra fina seca ao ar (TFSA) já moída e peneirada em peneira 80 mesh. Adicionou-se 10 mL de solução de dicromato de potássio 0,2 mol L⁻¹ à amostra de solo. Esta solução foi colocada em erlenmeyer tampado e aquecida por 5 minutos em fervura branda. A solução foi deixada em repouso até que a solução atingisse a temperatura ambiente. Foi então tomada uma alíquota de 1 mL da solução contendo solo e diluída para 1000 mL (1 L). Nesta nova solução foi determinada a absorbância nos comprimentos de onda 340, 370, 400, 450, 500 e 550 nm. O mesmo foi feito com a solução de dicromato 0,2 mol L⁻¹ sem que fosse adicionada à amostra de solo. Os resultados obtidos estão mostrados na tabela I.

Os cálculos foram efetuados subtraindo das absorbâncias de cada solução a absorbância do solvente. A concentração final de dicromato foi determinada tomando a concentração da solução diluída sem solo como sendo 2 . 10⁻⁴ mol L⁻¹. Os resultados mostraram que a média da concentração final da solução de dicromato foi de 1,82 . 10⁻⁴ mol L⁻¹ mostrando que 1,8 . 10⁻⁵ mol L⁻¹ de dicromato foram usados na oxidação da matéria orgânica contida no solo.

Tabela I – Absorbância da solução de dicromato no solo, e solução de dicromato sem solo

para alguns comprimentos de onda.

Comprimento de onda / nm	Absorbância da solução com solo	Absorbância da solução sem solo	Concentração da solução com solo / mol L ⁻¹
340	0,5897	0,6373	1,85 . 10 ⁻⁴
370	0,4147	0,4589	1,81 . 10-4
400	0,1371	0,1510	1,82 . 10 ⁻⁴
450	0,0725	0,0794	1,83 . 10 ⁻⁴
500	0,0121	0,0135	1,79 . 10 ⁻⁴
550	0	0	-

4. CONCLUSÕES

Testes preliminares mostraram que a técnica de Espectroscopia de Absorção na região do visível é aplicável na determinação de matéria orgânica em solos. Existem grandes vantagens de se usar esta técnica e que podem ser enumeradas da seguinte forma: 1) a quantidade de reagentes usadas é bem menor que por titulação; 2) a determinação é rápida e limpa; 3) não é utilizada muita vidraria; 4) não apresenta o problema encontrado na titulação como a viragem de azul para verde que é pouco definida.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRADY, N. C. **Natureza e propriedades dos solos**. 7.ed. Rio de Janeiro: Livraria Freitas Bastos Editora, 1989.

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes.** Brasília: Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia, 1999.

GONÇALVES, M. L. S. S. **Métodos instrumentais para análise de soluções – análise quantitativa**. 2.ed. Lisboa–Portugal: Fundação Calouste Gulbenkan Editora, 1990.