

COMPARAÇÃO DE DOIS MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO TROCÁVEL EM SOLOS TROPICAIS

R. C. Boeira¹, V. C. B. Maximiliano¹, B. van Raij²

¹Embrapa Meio Ambiente – Caixa Postal 69 – Jaguariúna, SP, Brasil – CEP: 13820-000

²Instituto Agrônômico – Caixa Postal 28 – Campinas, SP, Brasil – CEP: 13001-970

e-mail: rcboeira@cnpma.embrapa.br

RESUMO

Na avaliação da fertilidade de solos, o uso de soluções extratoras que contenham sais de amônio representa uma alternativa promissora para a extração conjunta de cátions. Entretanto, a determinação de alumínio por titulometria nesses extratos é inviável, embora a técnica seja rotineira na maioria dos laboratórios que determinam esse elemento em solos, no Brasil. Tem-se buscado como solução para esse problema a utilização de métodos alternativos à titulometria. Neste trabalho, compararam-se o método titulométrico (Embrapa, 1997) e o método espectrofotométrico com utilização do alaranjado de xilenol (Coscione et al., 2000), em 43 amostras de solos brasileiros. Os teores do elemento obtidos pelos dois métodos foram comparados pelo teste de linhas de regressão linear (Miller & Miller, 1984), e de forma pareada pelo teste “t”. Os resultados indicam que o método titulométrico utilizado é adequado para solos com baixo teor de matéria orgânica.

INTRODUÇÃO

O teor de alumínio trocável é importante na avaliação da capacidade de troca de cátions (CTC) dos solos, ou da saturação da CTC efetiva em alumínio. Em algumas regiões do Brasil, o teor de Al trocável no solo é utilizado como referência para o cálculo da necessidade de calagem dos solos (Kamprath, 1970). Como o alumínio é considerado o cátion predominante da acidez trocável na maioria dos solos brasileiros, o resultado obtido na titulação do extrato de solo em KCl 1 mol L⁻¹ com NaOH 0,025 mol L⁻¹ é considerado como sendo o teor de Al (Embrapa, 1997). No entanto, os teores reais de alumínio ficam mascarados pois é determinada a acidez trocável do solo devida não só ao Al trocável mas também a outras formas de acidez, principalmente em solos ricos em matéria orgânica (Coscione et al., 1998). Portanto, nos casos em que é necessária a determinação específica desse cátion a titulação poderá ser inadequada, devendo-se optar por outra técnica.

Por outro lado, o uso de soluções extratoras que contenham sais de amônio vem-se mostrando como uma alternativa promissora para a extração conjunta de cátions, em avaliações da fertilidade de solos. Entretanto, a determinação de alumínio por titulometria (técnica usada rotineiramente na maioria dos laboratórios que analisam esse elemento em solos, no Brasil) em extratos de NH₄Cl é inviável. Isso se deve ao efeito tampão exercido pelo NH₄Cl na faixa alcalina de pH, o que impede uma viragem nítida dos indicadores ácido-base usados nas titulações com NaOH (Coscione et al., 1998). Nesse caso, em substituição à titulação, o alumínio pode ser determinado por espectrofotometria de absorção atômica ou pelo método colorimétrico do alaranjado de xilenol (Otomo, 1963). O primeiro método não é usado, em geral, em laboratórios de

análises de solo, pelo risco de explosões do comburente utilizado (óxido nitroso) e elevado custo analítico. O segundo método foi desenvolvido por Otomo (1963) e proposto por Pritchard (1967) para uso na determinação de alumínio em solos. Esse método baseia-se na complexação dos íons Al^{3+} em solução pelo xilenol, sendo a leitura da cor (amarelada) feita em espectrofotômetro, no comprimento de onda de 555 nm. Duriez & Johas (1982), trabalhando com amostras de solos brasileiros, confirmaram a simplicidade de execução e a precisão desse método. Com base no trabalho de Dodson & Jennings (1972), que recomendam o uso de etanol em substituição ao aquecimento para o desenvolvimento da cor do complexo de alumínio com o alaranjado de xilenol, Coscione et al. (2000) desenvolveram um protocolo analítico para o elemento adequado à rotina de laboratórios que processam grande número de amostras, descrito em Coscione et al. (2001).

O presente trabalho teve como objetivo comparar dois métodos de determinação de alumínio trocável extraído do solo com KCl 1 mol L^{-1} (titulometria e espectrofotometria) em diversos solos tropicais brasileiros.

MATERIAL E MÉTODOS

Foram utilizadas 64 amostras de solos, 50 provenientes de solos da Região Nordeste brasileira, coletadas nas camadas de 0-20 e 40-60 cm de profundidade em áreas cultivadas com fruteiras irrigadas, e 14 coletadas na camada de 0-20 cm, na área experimental da Embrapa Meio Ambiente, em Jaguariúna (SP). As amostras nordestinas englobam diversos tipos de solos, enquanto as amostras de Jaguariúna são de Latossolo Vermelho distroférico. As amostras foram secas ao ar e passadas em peneira com abertura de malhas de 2 mm. Foram feitas extrações, em duplicata, de alumínio com KCl 1 mol L^{-1} , utilizando-se relação solo:solução extratora de 1:10 (massa de amostra de 5,0 g e volume da solução extratora de 50 ml). A agitação das suspensões solo-soluções foi feita em agitador orbital, por 5 minutos, à velocidade de 120 ciclos por minuto. As extrações foram realizadas à tarde, ficando as suspensões em repouso até a manhã do dia seguinte, quando foram feitas as determinações nos extratos já límpidos, sem necessidade de filtração. O teor de alumínio trocável nos extratos foi determinado por dois métodos: utilizando-se o método do alaranjado de xilenol com leitura da cor em $\lambda = 555 \text{ nm}$, como descrito por Coscione et al. (2000) (espectrofotometria) e por titulação com solução de $NaOH$ $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ como titulante e azul de bromotimol como indicador do ponto de viragem (Embrapa, 1997). Os teores do elemento obtidos nos dois métodos foram comparados pelo teste de linhas de regressão linear, sendo os valores dos parâmetros “a” (intersecção) e “b” (declividade) comparados com os valores ideais de 0 (zero) e 1, respectivamente, pelo teste do limite de confiança a 95% (Miller & Miller, 1984). Os dados foram também comparados de forma pareada pelo teste “t”.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Encontra-se na Figura 1 a linha de regressão linear obtida na comparação entre o método espectrofotométrico do alaranjado de xilenol e o método titulométrico (titulação com $NaOH$), usados na determinação de alumínio extraído do solo com solução de KCl 1 mol L^{-1} , com os valores dos parâmetros “a”, “b” e “ R^2 ”.

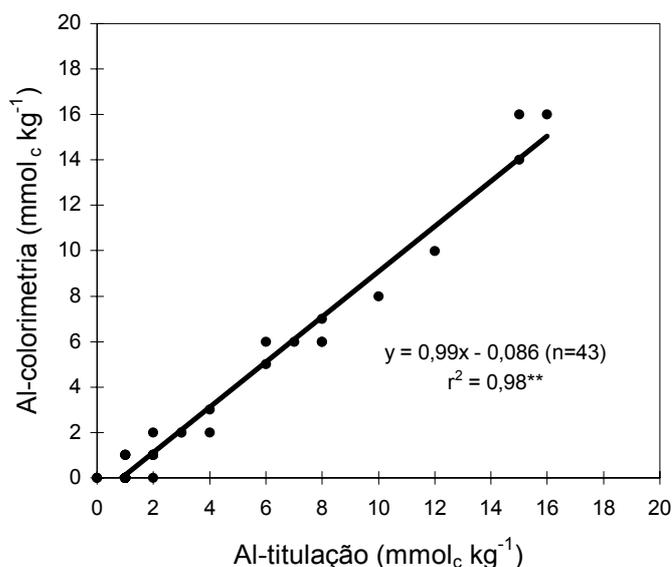


Figura 1. Correlação entre determinação de alumínio extraído de 43 solos brasileiros com KCl 1 mol L⁻¹ pelos métodos colorimétrico e titulométrico e respectivo coeficiente de determinação.

Os dois métodos de determinação do elemento apresentaram resultados diferentes: o valor de “b” não diferiu de 1, e o valor de “a” diferiu significativamente de zero ($p < 0,05$). O valor de “t” para a comparação Al-titulometria *versus* Al-espectrofotometria foi de 8,53 ($p < 0,05$), confirmando que o método titulométrico resultou em teores de alumínio significativamente maiores que os do método espectrofotométrico. Isso era esperado, uma vez que a titulação com NaOH neutraliza outras formas de acidez, além daquela devida ao alumínio trocável, enquanto que o método Al-colorimetria determina apenas o alumínio.

Em média, os teores de alumínio obtidos por titulação foram 0,086 mmol_c kg⁻¹ maiores do que os obtidos por espectrofotometria. Esta pequena diferença entre os dois métodos deve-se ao fato de que todas as amostras apresentavam baixos teores de matéria orgânica, a qual é um dos principais componentes responsáveis pela acidez em solos. Então, apesar de ser estatisticamente significativa, essa diferença não tem significado prático, para os solos estudados, em situações em que se requer o teor do elemento no solo. Portanto, em termos práticos, o método espectrofotométrico iguala-se ao método titulométrico, para solos com baixo teor de matéria orgânica, e poderá ser utilizado também no caso de adoção da extração simultânea de cátions em extratos de NH₄Cl.

CONCLUSÃO

Nos solos estudados, com baixo teor de matéria orgânica, o método titulométrico, que determina a acidez trocável, igualou-se ao método espectrofotométrico, que determina especificamente o alumínio trocável.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C. de & RAIJ, B. van. Revisiting titration procedures for the determination of exchangeable acidity and exchangeable aluminum in soils. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 29:973-982, 1998.
2. COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C. de; RAIJ, B. van & ABREU, M.F. de. An improved analytical protocol for the routine spectrophotometric determination of exchangeable aluminum in soil extracts. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 31:2027-2037, 2000.
3. COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C.; RAIJ, B. van, ABREU, M.F. & CANTARELLA, H. Determinação de alumínio, cálcio, magnésio, sódio e potássio trocáveis em extrato de cloreto de amônio. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H. & QUAGGIO, J.A. *Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais*. Campinas, Instituto Agrônomo, 2001. p.200-212.
4. DODSON, A. & JENNINGS, V.J. Semi-automated determination of aluminum with xylenol orange. *Talanta*, 19:801-803, 1972.
5. DURIEZ, M.A.M. & JOHAS, R.A.L. Alumínio extraível em solos: determinação espectrofotométrica pelo alaranjado de xilenol. Rio de Janeiro, Embrapa-Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, 1982. 16p. (Embrapa-SNLCS. Boletim de Pesquisa, 6).
6. Embrapa. Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Rio de Janeiro, RJ). *Manual de métodos de análise de solo*. 2.ed. Rio de Janeiro, 1997. 212 p. (Embrapa – CNPS. Documentos, 1).
7. KAMPRATH, E.J. Exchangeable aluminum as a criterion for liming leached mineral soils. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 34:252-254, 1970.
8. MILLER, J.C. & MILLER, J.N. *Statistics for analytical chemistry*. Chichester, Ellis Horwood, 1984. 202p.
9. OTOMO, M. The spectrophotometric determination of aluminum with xylenol orange. *Bull. Chem. Soc. Japan*, 36:809-813, 1963.
10. PRITCHARD, D.T. Spectrophotometric determination of aluminum with xylenol orange. *Analyst*, 92:103-106, 1967.