

Comparação de dois métodos para determinação do teor de carbono orgânico do solo

FARINE, EDUARDA L.^{1*}; MOREIRA, DIOGO A.¹; NARDO, AMANDA E.¹; CAMARGO, IGOR S.P.¹; JORDÃO, LUIZ T.²; GERMANO, MMARIANA G.³; KLEINERT, JOVIANO J.³; OLIVEIRA JUNIOR, ADILSON³.¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina-UEL. ²Departamento de Agronomia, Universidade Estadual de Maringá-UEM. ³Embrapa-Centro Nacional de Pesquisa de Soja, Caixa Postal 231, 86001-970, Paraná.
*e-mail: eduarda@cnpso.embrapa.br

Introdução

No Brasil o método adotado na grande maioria dos laboratórios de análise química de solo para a determinação do teor de carbono (C) orgânico é baseado na oxidação química do C por meio da mistura de uma solução de dicromato de sódio ou de potássio com ácido sulfúrico concentrado e posterior titulação do excesso de cromo com uma solução de sulfato ferroso (WALKLEY; BLACK, 1934).

No entanto, como a solução contendo excesso de dicromato apresenta coloração bem definida e a intensidade dessa coloração é altamente correlacionada com a concentração de C no extrato, foi possível estabelecer uma curva de calibração entre os dois métodos facilitando assim a leitura dos teores de C com a utilização do Espectrofotômetro de Absorção Molecular (colorímetro). Como o método colorimétrico está baseado na relação entre os teores de C e a absorvância do extrato preparado com dicromato de sódio, obtém-se, de forma indireta, os teores de C em amostras de solo.

Apesar dessas variações, o método proposto por Walkley & Black possui a grande desvantagem de gerar resíduos contendo cromo, que devem ser adequadamente tratados e destinados pelos laboratórios de análise, onerando o custo da análise e com risco de levar a impactos ambientais negativos, caso não seja devidamente tratado.

Em alternativa à oxidação com dicromato, existem outros métodos para determinação do C orgânico do solo. Dentre eles pode-se destacar a oxidação do C com uma solução de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) e posterior determinação gravimétrica. Esse método vem sendo utilizado, desde 2010, na rede de laboratórios da Comissão Estadual de Laboratórios de Análise de Solo - CELA/PR e, tem como principal característica o fato de não gerar resíduos que necessitem de tratamento especial.

Portanto, esse trabalho tem por objetivo comparar esses dois métodos de determinação do teor de C no solo.

Material e Métodos

Para avaliar os teores de C orgânico, foram selecionadas 48 amostras de solo, procurando-se analisar amostras que apresentassem variação nos teores de C. Dentre elas, destacam-se as amostras enviadas na primeira remessa de 2011 do programa de controle de qualidade do CELA-PR.

A seguir estão descritos os procedimentos analíticos utilizados para cada método:

Método Walkley & Black: combustão úmida com dicromato de sódio e leitura por colorimetria. Transferir 1 cm³ de solo (TFSA) para erlenmeyer, depois adicionar 10 mL de Dicromato de Sódio 0,167 mol L⁻¹, em capela de exaustão. Acrescentar 10 mL de Ácido Sulfúrico comercial e resfriar por ±2 horas. Após o resfriamento adicionar 50 mL de água deionizada e deixar em repouso por uma noite. Na manhã seguinte, retirar uma alíquota de aproximadamente 8 mL da solução e proceder a leitura no espectrofotômetro de absorção molecular, em comprimento de onda de 650 nm.

Método MAB: peróxido de hidrogênio. pesar 0,5 g de TFSA, colocar em Becker de 10 mL. Adicionar 0,5 mL de peróxido de hidrogênio 30% e aguardar 1h para que haja uma digestão lenta. Após este período levar a estufa a 110°C por 60 minutos. Após o tempo na estufa, retirar as amostras e colocá-las em frasco dessecador até atingir a temperatura ambiente. Feito isto, efetuar a pesagem final. O cálculo se baseia na perda de massa e é feito da seguinte forma:

$$CO \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = (PI - PF) \times 1000/1,724, \text{ onde:}$$

CO = teor de carbono orgânico, em g kg⁻¹

PI = peso inicial = 0,5 g

PF = peso da amostra após secagem a 110°C

Os dados foram ajustados por uma regressão linear, tomando-se os valores de carbono orgânico obtidos por combustão úmida como variável independente. O teste de identidade dos métodos foi realizado de acordo com o método proposto por Leite e Oliveira (2002), considerando o teor de C por peróxido de hidrogênio (H₂O₂) a variável dependente do modelo (y) e o teor de C por dicromato de sódio, a variável independente (x).

Resultados e Discussão

Na Tabela 1 estão apresentados os teores médios, mínimos e máximos verificados para cada método avaliado. Observa-se, portanto, que ambos os métodos apresentaram resultados médios muito próximos indicando a existência de um bom relacionamento entre eles, visto que o coeficiente de correlação foi de 74% (r=0,74). Por outro lado, o teste de identidade não resultou em semelhança estatística entre os procedimentos (Figura 1).

É interessante ressaltar que o coeficiente angular do modelo de regressão ajustado no presente trabalho ($\beta_1=0,6751$) é idêntica ao verificado por Bortolin e Cassol (2010) ($\beta_1=0,6670$, se converter o valor de MO para CO) indicando não só a boa reprodutibilidade dos métodos, mas, principalmente, que a relação entre os dois métodos (medida pela inclinação da reta) varia muito pouco em função do conjunto de amostras que estão sendo analisadas.

Conclusões

Muito embora não tenha sido detectado identidade estatística entre os métodos, a determinação de C por oxidação com peróxido possui viabilidade de uso, pois, os teores não diferiram consideravelmente em magnitude se comparados ao determinado com dicromato. Além disso, o fato de não gerar resíduos de difícil tratamento se caracteriza como uma das grandes vantagens da determinação de C com peróxido, pois se trata de um método relativamente mais barato, mais rápido e ambientalmente mais seguro.

Tabela 1. Teores médio, mínimos e máximos, desvio padrão (D.P.) e coeficiente de variação (C.V.) obtidos para cada método de determinação do C orgânico no solo.

| Método | Média | Mínimo | Máximo | D.P. | C.V. | Número de observações |
|-----------|--------------------------------|--------|--------|------|------|-----------------------|
| | ----- g DM ⁻³ ----- | | | | | |
| Dicromato | 9,7 | 26,6 | 16,2 | 4,29 | 26 | 48 |
| Peróxido | 10,9 | 28,9 | 17,6 | 3,94 | 22 | 48 |

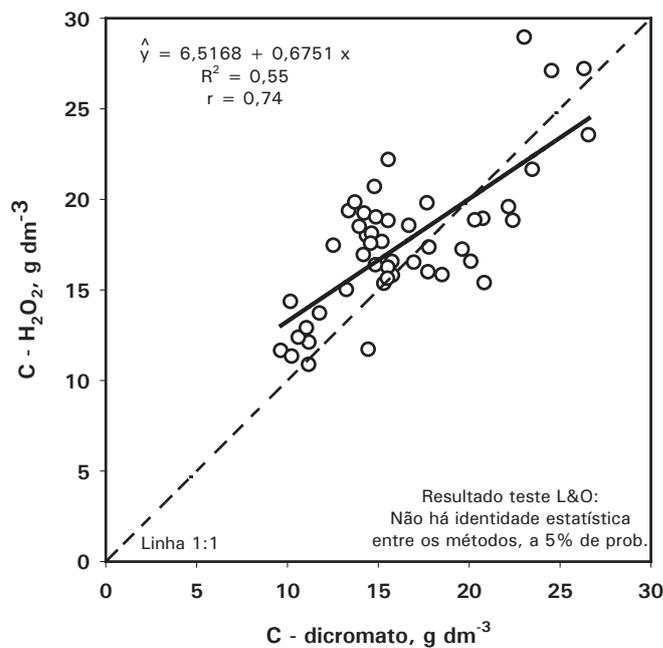


Figura 1. Modelo de regressão ajustado para os teores de C determinados por dois métodos de análise. Variável dependente (y): C-H₂O₂; variável independente (x): C-dicromato de sódio).

Referências

BORTOLIN, M.A.; CASSOL, L.C. Determinação da matéria orgânica do solo usando peróxido de hidrogênio: Uma metodologia ecologicamente correta. **Fertbio 2010**. Anais... Guarapari, 2010

LEITE, H.G. & OLIVEIRA, F.H.T. Statistical Procedure to Test the Identity of Analytical Methods. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.33, n.7-8, 2002.

WALKLEY, A.; BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter, and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v.37, p.29-38, Jan./June 1934.