

*Ministério da Agricultura,
Pecuária e Abastecimento*

Boletim de Pesquisa 133 **e Desenvolvimento**

ISSN 1678-0892
Dezembro, 2007

Avaliação do método do salicilato para determinação de amônio em extratos de solos minerais

Embrapa

Solos



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro Nacional de Pesquisa de Solos
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

ISSN 1678-0892

Dezembro, 2007

Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento 133

Avaliação do método do salicilato para determinação de amônio em extratos de solos minerais

Fabiano de Carvalho Balieiro

Renato Ribeiro Passos

José Carlos Polidoro

Reinaldo B. Cantarutti

Rio de Janeiro, RJ
2007

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Solos

Rua Jardim Botânico, 1.024 Jardim Botânico. Rio de Janeiro, RJ
Fone: (21) 2179-4500
Fax: (21) 2274.5291
Home page: www.cnps.embrapa.br
E-mail (sac): sac@cnps.embrapa.br

Comitê Local de Publicações

Presidente: Aluísio Granato de Andrade

Secretário-Executivo: Antônio Ramalho Filho

Membros: Marcelo Machado de Moraes, Jacqueline S. Rezende Mattos,
Marie Elisabeth C. Claessen, José Coelho de A. Filho, Paulo Emílio
F. da Motta, Vinícius de Melo Benites, Rachel Bardy Prado, Maria
de Lourdes Mendonça Santos Brefin, Pedro Luiz de Freitas.

Supervisor editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Revisor de Português: *André Luiz da Silva Lopes*

Normalização bibliográfica: *Marcelo Machado Moraes*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

1ª edição

1ª impressão (2007): online

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

B186a Balieiro, Fabiano de Carvalho.

Avaliação do método do salicilato para determinação de amônio em extratos de solos minerais / Fabiano de Carvalho Balieiro ... [et al.]. — Dados eletrônicos. — Rio de Janeiro : Embrapa Solos, 2007.

22 p.: il. — (Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento / Embrapa Solos, ISSN 1678-0892 ; 133).

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Modo de acesso: <<http://www.cnps.embrapa.br/solosbr/publicacao.html>>

Título da página da Web (acesso em 20 dez. 2007).

1. Nitrogênio do Solo. 2. Análise de Solo. 3. Complexo azul-esmeralda. 4. Kjeldhal. I. Passos, Renato Ribeiro. II. Polidoro, José Carlos. III. Cantarutti, Reinaldo. IV. Título. V. Série.

CDD (21.ed.) 631.4

Sumário

Resumo	5
Abstract	7
1. Introdução	9
2. Material e métodos	10
2.1.Soluções e reagentes utilizados no método do salicilato	10
2.2.Fase I: Varredura em espectro de absorção das soluções padrões do método do salicilato	11
2.3.Fase II: Extração e determinação de NH ₄ pelos métodos do salicilato e de Kjeldhal	12
2.4.Recuperação de N pelo método do salicilato	14
2.5.Método de Kjeldahl	15
2.6.Análise estatística	15
3. Resultados e discussão	15
4. Recomendações finais	22
5. Referências Bibliográficas	22

Avaliação do método do salicilato para determinação de amônio em extratos de solos minerais

Fabiano de Carvalho Balieiro¹

Renato Ribeiro Passos²

José Carlos Polidoro¹

Reinaldo B. Cantarutti³

Resumo

O método do salicilato para determinação de amônio em extratos de solo e água tem se mostrado uma alternativa prática e eficiente, embora pouco difundida e utilizada em laboratórios de rotina de análise de solo. Este trabalho objetivou avaliar o potencial desse método na determinação de NH_4^+ em extratos de solos brasileiros, comparativamente ao método padrão de Kjeldhal. Numa primeira fase, foram feitas avaliações dos fatores: luminosidade (luz natural e escuro), temperatura (ambiente, 37 e 70°C) e tempo de reação (20, 40, 60, 120 e 180 min) no desenvolvimento do complexo azul-esmeralda. Num segundo momento, após padronização da marcha analítica, procederam-se a extração do NH_4^+ em 12 solos brasileiros de diferentes naturezas e a sua determinação pelos métodos supracitados. As avaliações indicaram que a temperatura ambiente e a luminosidade natural não interferiram acentuadamente nas determinações de amônio de curvas-padrão. Porém a temperatura de 37°C reduziu o tempo para desenvolvimento de cor azul-esmeralda deste método para 60 min, permitindo ainda maior

¹ Pesquisador Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico 1024, Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ. Email balieiro@cnps.embrapa.br, polidoro@cnps.embrapa.br.

² Professor Adjunto do Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Email: renatopassos@cca.ufes.br.

³ Professor Adjunto do Departamento de Solos da Universidade Federal de Viçosa (UFV). Email: cantarutti@ufv.br

estabilidade da absorvância. Embora o método do salicilato modificado tenha permitido boa correlação com o método de Kjeldhal, foi observada uma capacidade diferenciada de recuperação de amônio em função do aumento de sua concentração no extrato, sendo essa interferência maior para o solo com maior teor de argila e matéria orgânica. Recomenda-se mais estudos com o método para que as interferências observadas sejam sanadas.

Termos de indexação: Nitrogênio do solo; metodologia de análise de solo; complexo azul-esmeralda; Kjeldhal.

Evaluation of salicylate method for ammonium determination in mineral soil extracts

Abstract

The salicylate method, used for ammonium determination in soil extracts and water, has shown to be a practical and efficient alternative, despite its little familiarity among routine soil laboratories. This work aimed to evaluate the potential of the salicylate method to determine NH_4^+ in extracts of Brazilian soils comparatively to the Kjeldhal standard method. The first part of the study consisted of evaluating the effects of light (natural light, and dark), temperature (25, 37 and 70°C), and reaction time (20, 40, 60, 120 e 180 min) on the development of the emerald-blue complex. In the second part, after analytical standardizations, it was performed the NH_4^+ extraction in 12 different Brazilian soils and its determination by the two methods. The results indicated that room temperature and natural light had no significant interference on the NH_4^+ determinations in standard curves. However, the temperature of 37°C reduced the emerald-blue color development to 60 min, and provided better absorbance stability. Although the modified salicylate method showed a good correlation with the Kjeldhal method, it was observed a differentiated capacity of NH_4^+ recovery as a function of the increase of its concentration in the extracts. This interference was higher in soils with higher clay and organic matter concentrations. Further studies be performed so that the observed interference is.

Index terms: soil nitrogen; soil testing; esmerald blue complex; Kjeldhal.

1. Introdução

O método de determinação de amônio por destilação a vapor é muito utilizado devido a facilidade de execução e baixo custo das análises (TEDESCO, 1985). É considerado o método de referência para determinação de N, embora apresente alguns inconvenientes, tais como o tempo gasto com a destilação das amostras e a dificuldade de padronização de cor do ponto de viragem no momento da titulação com H_2SO_4 , principalmente se as amostras tiverem baixas concentrações de NH_4^+ .

Alternativamente, o método do salicilato também tem sido utilizado na determinação de amônio em extratos de solo (NELSON, 1983; KEMPERS; ZWEERS, 1986) e em água (VERDOUX, 1978 *apud* KEMPERS; ZWEERS, 1986), mostrando-se sensível e eficiente. Esse método baseia-se na formação de um complexo de cor azul-esmeralda quando NH_3 e salicilato reagem na presença de NaOCl em pH elevado, tendo como catalisador na reação entre amônio e salicilato, o nitroprussiato. A substituição do fenol tóxico, pelo salicilato de sódio, ao método colorimétrico pioneiro na determinação de amônio (azul de indofenol) (SELMER-OLSEN, 1971), diminui os riscos de uso do método, tendo em vista que este impede a formação de compostos voláteis tóxicos, como o orto-clorofenol (KEMPERS; ZWEERS, 1986). Embora apresente potencial, este método pode sofrer alterações no desenvolvimento e estabilidade da cor decorrente da temperatura, pH, concentração dos reagentes e sequência de adição dos mesmos e luminosidade, presença de cátions trocáveis no extrato (NELSON, 1983; KEMPERS; ZWEERS, 1986).

Os objetivos principais desse trabalho foram (i) avaliar a viabilidade operacional do método do salicilato na determinação de amônio em extratos de solos brasileiros, como alternativa ao método padrão e (ii) o efeito da luminosidade, da temperatura e do tempo de reação para formação do complexo azul-esmeralda do método. Teste estatístico dos coeficientes dos modelos gerados em curvas de recuperação do NH_4^+ foi realizado (iii) visando comparar a sensibilidade do método modificado e o padrão.

2. Material e métodos

Todos os procedimentos e reagentes usados para o uso desse método encontram-se resumidos a seguir e detalhados no artigo original de Kempers e Zweers (1986). De forma resumida, esses autores trabalharam na ocasião objetivando melhorar a sensibilidade, reprodutibilidade e diminuir a toxicidade do método utilizando o salicilato de sódio.

2.1. Soluções e reagentes utilizados no método do salicilato

⇒ Hipoclorito de sódio(NaOCl): adicionar 5 mL de hipoclorito comercial (10% de cloro ativo) a 20 mL de água deionizada em balão volumétrico de 25 mL. No caso de utilizar hipoclorito contendo 5% do princípio ativo, adicionar 10 mL deste produto em 15 mL de água deionizada também para balão volumétrico de 25 mL. Importante: esta solução deve ser preparada exatamente antes do uso. A solução concentrada (hipoclorito contendo 5% ou 10% do princípio ativo) deve ser guardada em refrigerador.

⇒ Cloreto de potássio(KCl) 1 mol.L⁻¹: dissolver 74,5 g de KCl em 1 litro de água deionizada, passando para balão volumétrico de 1 litro.

⇒ Solução Padrão de N-NH₄⁺ - 500 mg.kg⁻¹: dissolver 1,833 g de (NH₄)₂SO₄ em 1 litro de KCl 1 mol.L⁻¹, passando para balão volumétrico de 1 litro.

⇒ Solução Padrão de N-NH₄⁺ - 5,0 mg.kg⁻¹: pipetar 1 mL da solução padrão de N-NH₄⁺ 500 mg.kg⁻¹ e m balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com KCl 1 mol.L⁻¹(Exemplo: 0,9 ml desta solução contém 0,06430 mmol de N / mL ou 0,9 mg de N / mL).

Obs: Aconselha-se que os reagentes sejam utilizados na mesma semana da preparação dos mesmos. Atentar também à marca dos reagentes utilizados, já que foi detectado problemas com o KCl de determinada marca no desenvolvimento deste trabalho, com relação à contaminação com N-NH₄⁺.

2.2 Fase I: Varredura em espectro de absorção das soluções padrões do método do salicilato

Na primeira fase do experimento, trabalhou-se somente com o método do salicilato. Foram realizadas varreduras de soluções padrões nas concentrações de $0,32 \text{ mmol N } 5\text{mL}^{-1}$ ($0,4 \text{ mg L}^{-1}$) e $0,64 \text{ mmol N } 5\text{mL}^{-1}$ ($0,9 \text{ mg L}^{-1}$) com espectros de absorção variando entre os comprimentos de onda (λ) 610 nm e 700 nm. Após observação da faixa de maior absorbância, realizou-se nova varredura na faixa de 641 e 650 nm, na presença de luz natural e artificial do próprio laboratório e no escuro, à temperatura ambiente. A iluminação artificial do laboratório (de dimensão igual a 5 m de largura e 8 m de comprimento) era composta por 4 conjuntos de 4 lâmpadas de 40W, ao passo que uma janela de dimensões equivalentes a largura da sala e 2 m de altura, caracterizavam a entrada de luz natural de fora do laboratório.

Posteriormente, foram avaliados os efeitos dos fatores temperatura (ambiente, $37 \text{ }^\circ\text{C}$ e $70 \text{ }^\circ\text{C}$) e do tempo de reação (20, 40, 60, 120 e 180 minutos) para o desenvolvimento de cor azul-esmeralda sobre os valores de absorbância. A curva padrão utilizada nessa fase do experimento encontram-se no Quadro 1.

Quadro 1 - Curva padrão para o estudo do efeito da temperatura, luminosidade e tempo sobre o desenvolvimento de cor e valores de absorbância do método do salicilato.

Conc. N mg L^{-1}	Sol. Pad. N 5 mg L^{-1}	KCl 1mol/L	Reagentes 1+2*	Hipoclorito
			----- ml -----	
0,00	0,00	4,00	0,9	0,1
0,15	0,15	3,85	0,9	0,1
0,30	0,30	3,70	0,9	0,1
0,45	0,45	3,55	0,9	0,1
0,60	0,60	3,40	0,9	0,1
0,75	0,75	3,25	0,9	0,1
0,90	0,90	3,10	0,9	0,1

* O reagente 1 refere-se à solução de salicilato de sódio + nitroprussiato de sódio, enquanto que o reagente 2 refere-se à solução de citrato de sódio + NaOH, descritas por Kempers & Zweers (1986). A solução combinada dos reagentes 1 e 2 é obtida através da mistura de uma parte do reagente 1 com duas partes do reagente 2. (Por exemplo, misturar 100 mL do reagente 1 com 200 mL do reagente 2).

2.3 Fase II: Extração e determinação de NH_4^+ pelos métodos do salicilato e de Kjeldhal

Nesta segunda fase do experimento foi determinado o teor de amônio em extratos de solo pelo método referência, ou seja, o método de Kjeldahl por destilação a vapor e pelo método do salicilato, para avaliação da sensibilidade deste. As amostras de solos representam diferentes classes, origens e manejos, possuindo características químicas e físicas distintas.

2.3.1 Caracterização dos solos estudados

Neste estudo foram utilizadas 20 amostras solos de diferentes localidades de Minas Gerais. No Quadro 2 são apresentados os resultados de análise granulométrica e carbono total destes solos, bem como sua procedência e classificação.

Quadro 2 - Classificação, localização, granulometria e teor de carbono orgânico dos solos estudados.

Solo [*]	Classificação	Localidade	Areia	Areia	Silte	Argila	Corg
			grossa	fina			
			----- g.Kg ⁻¹ -----				
1A	PVc	Coimbra	90	60	110	740	20,8
1B	PVc	Coimbra	60	50	120	770	30,6
1C	PVc	Coimbra	40	40	180	740	28,0
2A	PV	Fundão	310	200	130	360	18,3
2B	PV	Fundão	300	200	120	380	22,9
3A	LE	Sete Lagoas	100	40	40	820	29,3
3B	LE	Sete Lagoas	100	40	30	830	38,9
3C	LE	Sete Lagoas	90	60	160	690	40,0
3D	LE	Sete Lagoas	90	70	140	700	42,7
3E	LE	Sete Lagoas	90	60	100	750	43,0
3F	LE	Sete Lagoas	80	50	80	790	40,2
4	n.d. ¹	Ponte Nova	500	220	60	220	6,5
5	LH	Manhuaçu	170	110	90	630	41,1
6	LV	Machado I	80	50	60	810	18,4
7	LV	Patrocínio	70	150	170	710	28,3
8	n.d.	São Gotardo	10	120	150	720	23,5
9	LV	Lavras	160	70	50	720	29,1
10	LV	Machado II	210	90	80	620	19,6
11	LR	S. S. Paraíso	60	230	120	530	15,4
12	n.d.	Monte Santo I	400	280	50	270	12,6

^{*} Mesmo número indica mesmo solo e localidade, ao passo que a letra maiúscula a frente do número indica tipo de manejo empregado. ¹. Dado não disponível.

Os diferentes tipos de manejo adotados para os solos 1, 2 e 3 descritos no Quadro 2 foram:

⇒ Solo 1 [Argissolo Vermelho-Amarelo câmbico de Coimbra (UFV)-MG]

1A - milho exclusivo + 0 t/ha de composto orgânico

1B - milho exclusivo + 40 t/ha de composto orgânico

1C - milho consorciado com feijão + 0 t/ha de composto orgânico

⇒ Solo 2 [Argissolo Vermelho-Amarelo do Fundão (UFV)-MG]

2A - área esgotada (cultivada com milho por mais de 14 anos por cultivo convencional, sem incorporação de resíduos de culturas ou adubação).

2B - área não esgotada (idem ao 2A, só que com incorporação resíduos de culturas e adubação)

⇒ Solo 3 [Latossolo Vermelho-Escuro de Sete Lagoas-MG]

3A - Cerradão com cultivo convencional de milho durante 20 anos

3B - Cerrado natural

3C - Cerrado cultivado com milho por plantio direto + 0 t/ha de palha

3D - Cerrado cultivado com milho por plantio direto + 6 t/ha de palha

3E - Cerrado cultivado com milho por plantio direto + 9 t/ha de palha

3F - Cerrado cultivado com milho por plantio direto + 12 t/ha de palha

Não foi possível obter os dados sobre o manejo dos solos 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 e 12.

2.3.2 Obtenção dos extratos dos solos

Com auxílio de um “cachimbo” foi medido 5 cm³ de solo peneirado (0,53mm), que foi colocado em erlenmeyer de 125 mL. Logo em seguida foi adicionado

50 mL de KCl 1 mol.L⁻¹ aos erlenmeyers e estes foram submetidos à agitação horizontal por 30 minutos. Percorrido este intervalo de tempo e o de descanso (30 minutos), filtrou-se o extrato em papel de filtro lento. Os extratos foram transferidos para frascos apropriados e deixados em geladeira até o momento das determinações.

2.3.3 Determinação de N-NH₄⁺ dos extratos dos solos

2.3.3.1 Método do salicilato

As avaliações realizadas na Fase 1 determinaram a seguinte marcha analítica: tanto os tubos da curva-padrão, quanto os que contêm extrato das amostras de solos, foram submetidos a um descanso de 120 minutos, à temperatura ambiente e luz natural, período suficiente para desenvolvimento da cor azul esmeralda. Após a adição de hipoclorito, o tempo máximo para o desenvolvimento de cor ocorre aos 120 minutos, permanecendo estável por 1 hora e diminuindo lentamente após esse tempo.

A leitura em absorbância foi realizada no comprimento de onda de 646nm, mediante o uso de espectrofotômetro (conforme descrito anteriormente).

2.4 Recuperação de N pelo método do salicilato

Com o intuito de avaliar a eficiência do método do salicilato em recuperar o N-NH₄⁺ dos extratos foram adicionados, à curva-padrão, extratos de solos 1A e 5, propondo-se o seguinte modelo de curva (Quadro 3).

Quadro 3 – Curva-padrão usada nos estudos de recuperação.

Concentração	Sol. Padrão de N	Extrato de solo	KCl	R1 + R2	Hipoclorito
mg/kg			ml		
0,00	0,00	1,00	3,00	0,9	0,1
0,15	0,15	1,00	2,85	0,9	0,1
0,30	0,30	1,00	2,70	0,9	0,1
0,45	0,45	1,00	2,55	0,9	0,1
0,60	0,60	1,00	2,40	0,9	0,1
0,75	0,75	1,00	2,25	0,9	0,1
0,90	0,90	1,00	2,10	0,9	0,1

O procedimento para determinação do NH_4^+ dessa fase (recuperação de N), em termos de sequência de adição das soluções e demais etapas foi o mesmo utilizado para a determinação de N no extrato do solo, descrito anteriormente. Com os resultados foi realizada uma regressão linear tanto da curva padrão (sem extrato de solo), quanto das amostras em que se adicionaram extrato de solo + solução padrão de N em concentrações variadas (0,0 a 0,9 mg kg^{-1}) e verificou-se quanto de N foi realmente recuperado pelo método sob avaliação.

2.5 Método de Kjeldahl

Uma alíquota do mesmo extrato usado na análise com o método salicilado foi usada para determinação do cátion por destilação a vapor conforme descrito por Tedesco (1985).

2.6 Análise estatística

Foi realizada a análise de variância para os parâmetros estudados e correlação entre o método de referência (Kjeldahl) e o método do salicilato. Os modelos de regressão gerados a partir das curvas propostas para o estudo de recuperação do amônio tiveram seus coeficientes testados pelo teste t a 5% de probabilidade e permitiram que o efeito matriz do método pudesse ser discutido. Para as análises estatísticas foram usados os programas SAEG e SIGMAPLOT.

3 Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta a varredura de soluções padrões nas concentrações de 0,4 e 0,9 mg.L^{-1} de N feitas na faixa de 641 a 650 nm, à temperatura ambiente, sob influência da luz e ausência dela. A luminosidade apresentou limitada influência no desenvolvimento da cor azul-esmeralda, diminuindo em apenas 1,7 e 3,8% a absorbância nas soluções de maior e menor concentração, respectivamente (Figura 1). A influência da luz no desenvolvimento de cor existe, mas explicações e efeitos não são muito claros, segundo Searle (1984) citado por Kempers e Zweers (1986). Estes autores aceleraram o desenvolvimento da cor com a utilização de luz artificial (lâmpadas de metal

halóide de 400 watts), mas observaram baixos valores de absorvância e estabilidade da cor, recomendando assim o recobrimento de pelo menos 90% do comprimento do tubo. A divergência dos efeitos da luminosidade no desenvolvimento da cor entre os trabalhos se deve, provavelmente, a diferença das fontes luminosas, natural e artificial.

Observou-se que o comprimento de onda de 646 nm foi o que propiciou os maiores valores de absorvância, na presença de luz natural e temperatura ambiente, sendo por isso o adotado para a determinação de N-NH_4^+ em extratos de solos (fase 2 desse estudo), valor este bem próximo àquele proposto por Kempers e Zweers (1986), de 647 nm.

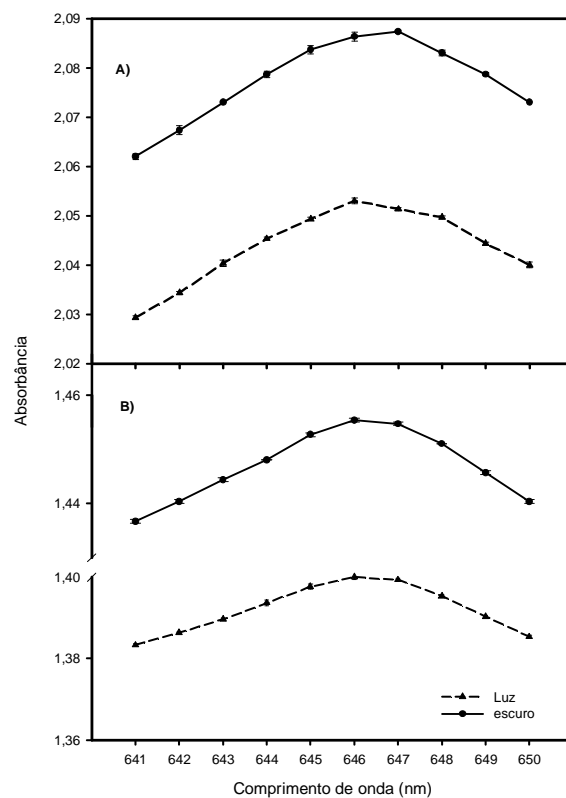


Figura 1 – Varredura de soluções padrão nas concentrações de 0,4 (A) e 9 mg.L⁻¹ (B) feitas na faixa de 641 a 650 nm, à temperatura ambiente e presença e ausência de luz.

O aumento da concentração de N na solução elevou (logicamente) os valores de absorvância, sendo a sensibilidade do método perdida à temperatura de 70 °C com o decorrer do tempo de reação (Figura 2). Os valores de absorvância das soluções submetidas a temperatura ambiente e a 37°C se mostraram equivalentes a partir dos 60 minutos de reação (Figura 2), embora aos 40 minutos e 37°C esses valores tenha sido superiores aqueles encontrados para soluções expostas a temperatura ambiente, ou seja, há um pequeno aceleramento no desenvolvimento da cor em decorrência do aumento da temperatura. O tempo de reação exerceu influência significativa ($p < 0,05$) sobre o desenvolvimento de cor e valores de absorvância. De modo geral, após sessenta minutos ocorreu formação da cor, com intensidade máxima aos 120 minutos de reação (Figura 2), corroborando com o recomendado por Kempers & Zweers (1986).

A maior estabilidade das leituras foram obtidas a temperatura de 37°C ambiente (Figura 2).

O método do salicilato permitiu estimativas de NH_4^+ altamente correlacionados ($r = 0,99$) com o método padrão de Kjeldhal (Quadro 4; Figura 3), porém embora o coeficiente angular do modelo tenha sido considerado (significativamente) igual a 1, a intersecção diferiu de zero, indicando que o método alternativo não estima valores equivalentes ao padrão. Assim, embora o modelo descreva fielmente a relação entre os dois métodos e que o método alternativo possa ser usado no monitoramento dos teores de NH_4^+ dos solos estudados, deve-se atentar para que o fato do método sistematicamente estimar quantidades menores de NH_4^+ que o método padrão.

A Figura 4 apresenta a capacidade de recuperação do N pelo método do salicilato, pois extratos dos solos 1A e 5 foram adicionados a curva-padrão e suas respectivas equações de regressão evidenciadas para ambos os solos. Nessa avaliação ficou demonstrado mudanças na capacidade de recuperação do método, pois diferenças estatísticas foram detectadas na comparação do coeficientes dos modelos ajustados para as curvas de cada solo. Esse efeito, indesejável para a métodos de análise de solo ficou mais nítido para o Latossolo Húmico (solo 5A), pois as diferenças entre os coeficientes angulares das equações são maiores, evidenciando que os teores mais elevados de

matéria orgânica e argila do solo alteraram negativamente a sensibilidade do método. O maior paralelismo das retas para o solo 1A indica que as modificações se adequariam mais a solos com baixas concentrações do cátion, porém, novos estudos merecem ser realizados para que o efeito matriz não ocorra durante as avaliações.

Quadro 4 - Concentrações de N-NH_4^+ obtidos por dois métodos para vinte solos.

Solo	Concentração de N (mg/Kg)	
	Método Kjeldahl*	Método do salicilato**
1A	4,41	2,77
1B	8,82	7,59
1C	4,41	1,86
2A	10,08	7,10
2B	7,56	4,45
3A	5,04	3,33
3B	4,41	2,96
3C	5,04	1,68
3D	5,04	2,20
3E	5,04	0,91
3F	4,41	2,60
4	11,97	12,15
5	25,82	24,78
6	18,90	16,19
7	17,01	16,64
8	25,19	26,19
9	20,78	22,31
10	15,75	14,00
11	15,75	16,44
12	20,04	23,08

* Média de três repetições.

** Média de duas repetições.

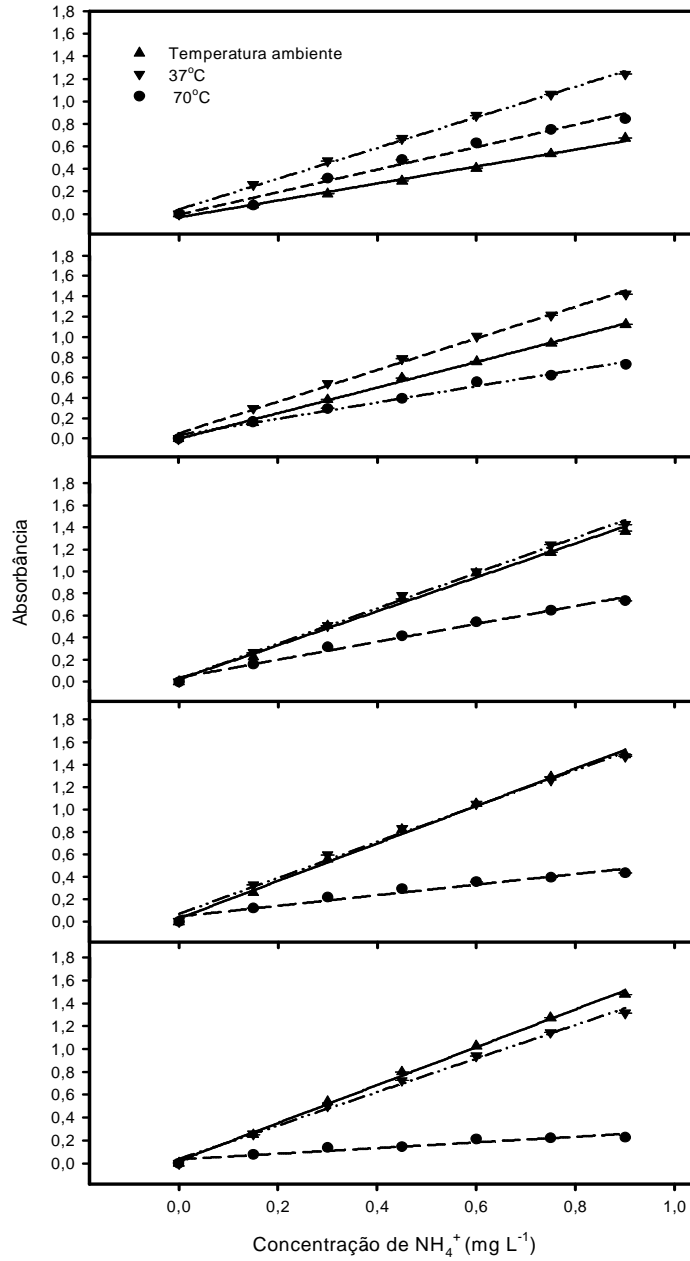


Figura 2 – Influência da concentração de NH₄⁺, da temperatura e do tempo de reação (A, B, C, D e E, sendo respectivamente iguais 20, 40, 60, 120 e 180 minutos de reação) na absorbância da solução e consequentemente no desenvolvimento da cor esmeralda.

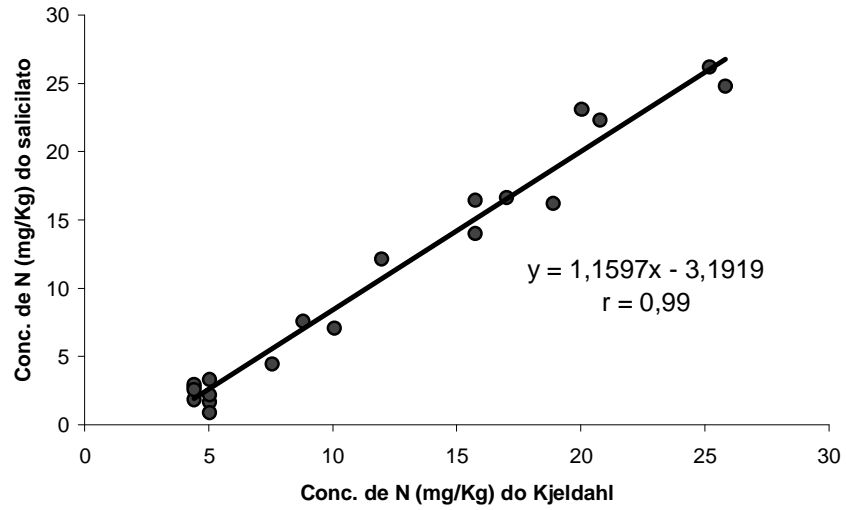


Figura 3 – Correlação entre os resultados do teor de NH_4^+ em diferentes solos obtidos com o método padrão (Kjeldahl) e com o método do salicilato.

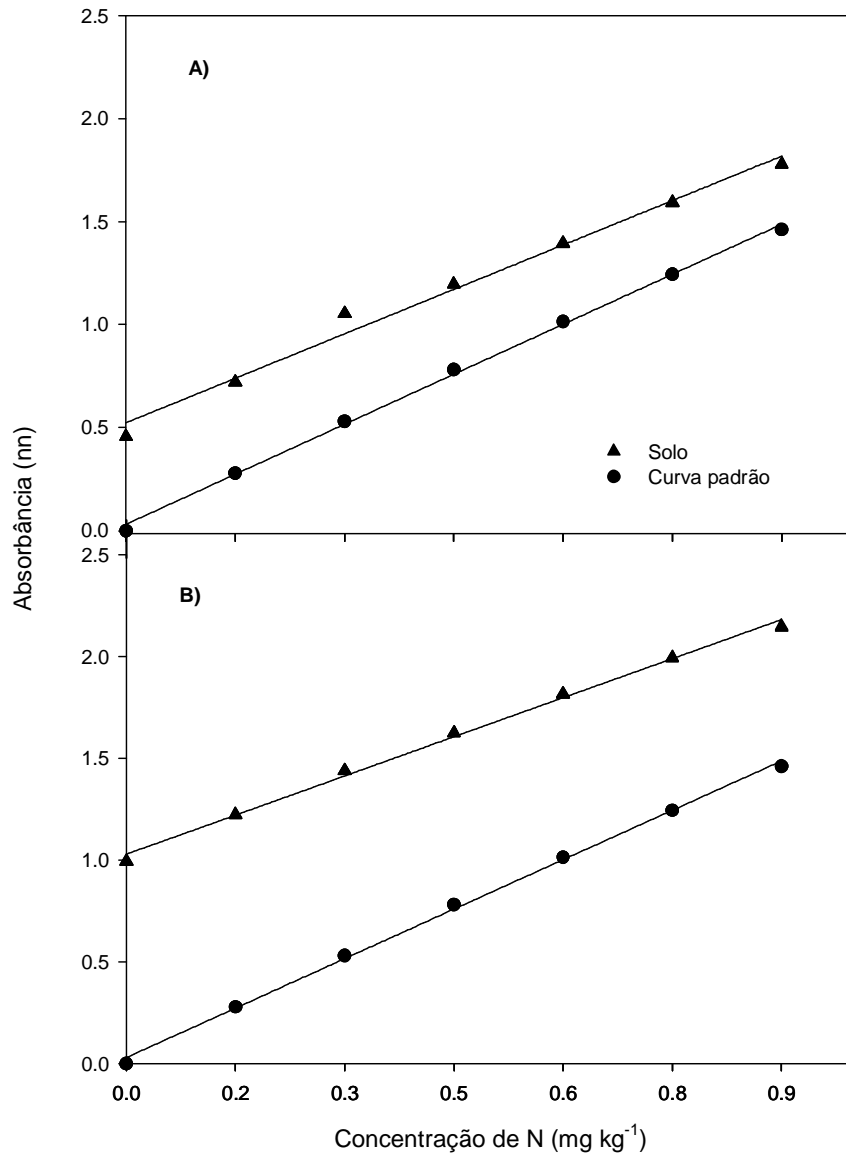


Figura 4 – Curvas de recuperação de NH_4^+ em Argissolo Vermelho Amarelo (A) e Latossolo Húmico (B).

4 Recomendações finais

As avaliações realizadas permitem afirmar que a luminosidade natural não interferiu nas determinações de amônio de curvas-padrão previamente preparadas, e que temperaturas próximas a 37°C podem reduzir o tempo para desenvolvimento de cor azul-esmeralda e aumentar a estabilidade deste método. Embora a modificação no método do salicilato tenha permitido boa correlação com o método padrão, foi observada capacidade diferenciada de recuperação de amônio em função do aumento da concentração de amônio no extrato, sendo essa interferência maior para o solo com maior teor de argila e matéria orgânica. Recomenda-se mais estudos com o método para que as interferências observadas sejam sanadas.

5 Referências bibliográficas

KEMPERS, A. J.; ZWEERS, A. Ammonium determination in soil extracts by the salicylate method. **Comm Soil Sci Plant Anal**, v. 17, n. 7, p. 715-723, 1986.

NELSON, D. W. Determination of ammonium in KCl extracts of soils by the salicylate method. **Comm Soil Sci Plant Anal**, v. 14, n. 11, p. 1051-1062, 1983.

SEARLE, P.L. The Berthelot or indophenol reaction and its use in the analytical chemistry of nitrogen. a review. *The Analyst*, v.109, p.549-568, 1984.

SELMER-OLSEN, A. R. Determination of ammonium in soil extracts by na automated indophenol method. **The Analyst**, v. 96, n. 1145, p. 565-568, 1971.

TEDESCO, M. J. **Análises de solos, plantas e outros materiais**. Porto Alegre: UFRGS, 1985. 186 p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

Embrapa

Solos