

EXTRAÇÃO E DETERMINAÇÃO DO BORO SOLÚVEL DOS SOLOS¹

R.A. Catani²
J.C. Alcarde²
F.M. Kroll³

RESUMO

O teor de boro solúvel em água em ebulição cresce com o aumento do volume de água, para um mesmo peso de solo. Este fato foi constatado nas 6 amostras de solos estudados, quando a proporção de peso de terra: volume de água destilada variou de 10 : 20, 5 : 20 e 2,5 : 20.

Por outro lado, a extração do boro de 5 g de solo com 20 ml de soluções 0,05 N de H₂SO₄ e 0,05 N de ácido acético, evidenciou que a solução de ácido acético apresentou resultados que recomendam mais estudos no sentido de adaptá-la para a extração do boro solúvel do solo.

INTRODUÇÃO

O boro ocorre no solo nas formas inorgânicas e orgânicas. São numerosos os compostos orgânicos com boro que se formam nos vegetais durante o seu desenvolvimento. Pela morte da planta, os restos vegetais vão ao solo, sofrem o ataque dos microrganismos e liberam o boro, que em seus últimos estágios de mineralização deve atingir a forma de ácido bórico H₃BO₃. No entanto, a origem fundamental do boro de todos os compostos orgânicos e inorgânicos do solo são os borossilicatos e dentre eles, cabe à turmalina um papel preponderante.

Nas regiões áridas, além da turmalina, podem ocorrer nos solos: boratos de sódio, de potássio, de cálcio e outros (BERGER, 1949; BERGER & PRATT, 1963).

O teor de boro total nos solos, em geral, pode variar

¹ Entregue para publicação em 29/12/1970.

² Departamento de Química da E.S.A. "Luiz de Queiroz".

³ Bolsista do Conselho Nacional de Pesquisas.

de 2 a 100 ppm, segundo SWAINE (1955), mas BERGER & PRATT (1963) relacionam de 20 a 200 ppm. Em solos do Estado de São Paulo, BRASIL SOBRINHO (1965) encontrou de 19 a 150 ppm.

O teor de boro solúvel do solo, de acordo com o método que emprega água em ebulição, varia de 0,2 a 1,5 ppm, conforme JACKSON (1958), mas segundo BERGER & PRATT (1963) a variação é de 0,05 a 5 ppm. BRASIL SOBRINHO (1965) analisando solos do Estado de São Paulo encontrou de 0,06 a 0,32 ppm.

O extrator mais usado para avaliar o conteúdo de boro solúvel do solo é a água em ebulição. A técnica, apresentada por BERGER & TRUOG (1939), consiste em ferver por 5 minutos, e com refluxo, uma suspensão de solo cuja relação peso de solo: volume de água é 1 : 1. A referida técnica tem sido usada por numerosos autores para avaliar a disponibilidade do boro do solo (HAAS, 1944; BERGER, 1949; DIBLE, TRUOG & BERGER, 1954; JACKSON, 1958; WEAR, 1965; e muitos outros autores, citados por BRADFORD, 1966).

Apesar disso, essa técnica já foi objeto de estudos sob vários aspectos. HAAS (1944), estudou o efeito de diversas condições analíticas e do solo sobre a extração. McCLUNG & DAWTON (1951) comparou essa técnica com outra baseada na lavagem contínua da amostra com água, por 6 horas, usando uma modificação da técnica de Soxhlet. CORNILLON (1968), comparou a eficiência de diversos extratores (água quente, solução de HCl 0,05 N e solução de H₂SO₄ 0,02 N) na solubilização do boro do solo.

O presente trabalho constitui a parte inicial de uma tentativa de encontrar uma técnica mais simples de extrair o boro solúvel do solo. Teve como objetivo estudar o efeito da variação da relação peso da amostra de solo: volume de água sobre a extração do boro pela água em ebulição e comparar essa técnica com outras baseadas na agitação mecânica do solo com extratores ácidos. As soluções extratoras empregadas foram de ácido acético 0,05 N e de ácido sulfúrico 0,05 N.

MATERIAL E MÉTODOS

Material

O material constou de amostras do horizonte Ap de diferentes solos do Estado de São Paulo, isto é, Podzólico Vermelho Amarelo-orto, Podzólico Lins-Marília, var. Marília, Latosólico roxo e Latosólico Vermelho Amarelo, var. Marília.

Reativos

Dentre os reativos usados merecem menção os seguintes:

Soluções padrões de boro. Solução A, contendo 100 microgramas de boro por mililitro: pesar 0,5717 g de H_3BO_3 p. a., seco em estufa a 50-60°C por 4-5 horas, dissolver em água desmineralizada e completar o volume a 1 litro. Solução B, contendo 25 microgramas de boro por mililitro: diluir 25 ml da solução A a 100 ml com água desmineralizada. Soluções padrões de trabalho, contendo 0,25 - 0,50 - 0,75 - 1,00 - 1,25 e 1,50 microgramas de boro por mililitro: diluir 1, 2, 3, 4, 5 e 6 ml da solução B a 100 ml com água desmineralizada.

Solução de ácido oxálico - curcumina - Transferir 5,000 g de ácido oxálico e 0,040 g de curcumina (Eastman Kodak) para balão volumétrico de 100 ml, já contendo 50 ml de álcool etílico a 95%. Dissolver, completar o volume com o mesmo álcool, conservar em frasco escuro e em geladeira. Renovar a preparação após uma semana.

Métodos

A determinação do boro foi feita colorimetricamente pelo método da curcumina, baseado na formação do complexo rubro-curcumina (DIBLE, TRUOG & BERGER, 1954; ROSSETTO, 1966).

Estabelecimento da curva padrão

1. Transferir 1 ml de cada solução padrão de trabalho para copos de plástico de 100 ml.
2. Acrescentar 4 ml do reativo contendo ácido oxálico-curcumina, secar em banho de água a 70°C e deixar por mais 15 minutos para assegurar completa secagem. O método recomenda a temperatura de $55 \pm 3^\circ C$. Entretanto, quando, a temperatura da água do banho varia de 60-80°C, a temperatura do líquido contido no copo de plástico (nalgene) varia de 52 a 58°C.
3. Retirar os copos do banho, deixar esfriar e adicionar 25 ml de álcool etílico a 95%. Agitar até que todo material se solubilize.
4. Transferir as soluções para tubos de colorímetro e fazer as leituras no colorímetro Klett-Summerson, usando

do o filtro nº 54. Desenvolver uma prova em branco.

Extração e determinação do boro solúvel do solo

Solúvel em água em ebulição

Foi usada a técnica recomendada por DIBLE, TRUOG & BERGER (1954), apenas substituindo a solução de CaCl_2 por HCl para facilitar a floculação do material sólido da suspensão de solo.

1. Transferir 2,5 - 5,0 e 10,0 g de solo para frasco de Erlenmeyer de 125 ml.
2. Acrescentar 20 ml de água destilada e adaptar, a cada Erlenmeyer, um condensador para fazer a ebulição com refluxo.
3. Ferver por 5 minutos, interromper o aquecimento e deixar esfriar.
4. Transferir o sobrenadante para tubos de centrífuga, acrescentar 5 a 6 gotas de solução de HCl 0,1 N (para facilitar a floculação) e centrifugar a 2500-3000 rpm.
5. Transferir 1 ml do sobrenadante claro para copo de plástico de 100 ml e prosseguir como descrito no estabelecimento da curva padrão. Desenvolver uma prova em branco.

Solúvel em solução 0,05 N de ácido acético e em solução 0,05 N e H_2SO_4

1. Transferir 5,000 g de solo e 20 ml de solução extratora (solução 0,05 N de ácido acético ou solução 0,5 N de H_2SO_4) para Erlenmeyer de 250 ml e agitar por 15 minutos em agitador mecânico.
2. Filtrar por papel Whatman nº 1, transferir 1 ml do filtrado para copo de plástico de 100 ml e prosseguir como descrito no preparo da curva padrão. Desenvolver uma prova em branco.

Observações: Foram obtidas curvas padrões com as soluções padrões de boro preparadas com as respectivas soluções extratoras. Todo material de vidro foi previamente lavado com solução de HCl (1 + 1).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos referentes ao teor de boro solúvel em água em ebulição, usando suspensões aquosas de solo com diversas relações peso de solo: volume de água, são apresentados no Quadro 1.

QUADRO 1 - Variação do teor de boro solúvel em água em ebulição, em função da variação da relação de peso de solo: volume de água. Dados em ppm de B

SOLOS	Relação peso de solo: volume de água		
	1/2	1/4	1/3
	ppm de boro (B)		
Podzólico Vermelho Amarelo-orto(1)	0,92	1,42	2,01
Podzólico Vermelho Amarelo-orto(2)	0,76	1,38	2,13
Podzólico Lins-Marília, var. Marília	0,94	1,20	1,84
Latosólico Roxo(1)	1,00	1,68	2,95
Latosólico Roxo(2)	0,95	1,12	1,73
Latosólico Vermelho Amarelo, fase arenosa	0,57	0,79	1,04

Conforme se observa, em todas as amostras, o aumento do volume de água para um mesmo peso de solo provocou um acréscimo no teor de boro considerado solúvel. Esse fato, aliás já constatado por HAAS (1944), permite supor que existe um equilíbrio entre o conteúdo de boro das fases sólida e líquida do solo. O teor de boro solúvel em água, e mesmo em outros extractores, poderia ser uma função do teor de boro adsorvido.

Os resultados das determinações do boro solúvel em solução 0,05 N de ácido acético e 0,05 N de ácido sulfúrico encontram-se no Quadro 2.

QUADRO 2 - Teor de boro solúvel em solução 0,05 N de ácido acético e em solução 0,05 N de H₂SO₄

SOLOS	em sol. de ác. acético	em sol. de H ₂ SO ₄
	0,05 N	0,05 N
ppm de boro(B)		
Podzólico Vermelho Amarelo-orto(1)	0,54	0,57
Podzólico Vermelho Amarelo-orto(2)	1,12	0,38
Podzólico Lins-Marília, var. Marília	0,49	0,56
Latosólico Roxo(1)	0,78	0,42
Latosólico Roxo(2)	1,90	0,86
Latosólico Vermelho Amarelo, fase arenosa	0,49	0,27

Nota-se que, de um modo geral, a solução 0,05 N de ácido acético foi mais eficiente que a solução 0,05 N de ácido sulfúrico na solubilização do boro do solo.

É importante salientar que quando se fez a extração com ácido acético os filtrados obtidos foram incolores, enquanto que os filtrados obtidos da extração com ácido sulfúrico apresentaram uma ligeira turvação, principalmente nos solos podzólicos, a qual interfere na determinação colorimétrica.

Levando em conta os diferentes fatores relacionados com a extração e determinação do boro solúvel do solo, parece que a extração com solução 0,05 N de ácido acético merece estudos complementares, visto que mostrou diversos aspectos favoráveis em comparação com a água em ebulição e solução de H₂SO₄ 0,05 N.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitiram concluir:

a) a extração do boro do solo, solúvel em água em ebulição, cresce com o aumento do volume de água para um mesmo peso de solo;

b) a extração do boro, por agitação mecânica do solo com solução 0,05 N de ácido acético, apresentou dados e características que recomendam tentar sua adaptação para a determinação do boro solúvel do solo.

SUMMARY

Hot water soluble boron content of six different soils of the State of São Paulo, Brazil, varies with the relationship between soil sample weight and water volume, keeping constant all other factors. So, when the extraction was performed using 2.5 grams of soil and 20 ml of hot water, the amount of soluble boron, expressed in ppm, was at least twice the amount extracted, with 10.0 grams of soil and 20 ml of hot water.

On the other hand, the data obtained concerning to the extraction of soil soluble boron with 0.05 N acetic acid solution, shaking a 5 gram soil sample with 20 ml of solution for 15 minutes, seem to be reasonably good, but this technique merits further study.

LITERATURA CITADA

- BERGER, K.C. & E. TRUOG, 1939 - Boron determination in soils and plants. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.*, 11:540-545.
- BERGER, K.C., 1949 - Boron in soils and crops. *Em: Advances in Agronomy*, Vol. 1, p. 321-351. Edit. por A.G. Norman, Academic Press Inc., Publishers. New York.
- BERGER, K.C. & P.F. PRATT, 1963 - Advances in secondary and micronutrient fertilization. *Em: Fertilizer Technology and Usage*, p. 287-340. Editado por M.H. McVickar, G.L. Bridger & L.B. Nelson, Soil Science of America.

- BRADFORD, G.R., 1966 - Boron. Em: Diagnostic Criteria for Plants and soils, p. 33-61. Editado por H.D. Chapman, University of California. Division of Agricultural Chemistry.
- BRASIL SOBRINHO, M.P.C., 1965 - Levantamento do teor de boro em alguns solos do Estado de São Paulo. Tese apresentada à Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", para obtenção do título do Docente-Livre. USP. Piracicaba. 135 pp. mimeografadas.
- CORNILLON, P., 1968 - Solubility of boron in soils. Soils and Fertilizers, 31 (2), 956.
- DIBLE, W.T., E. TRUOG & K.C. BERGER, 1954 - Boron determination in soils and plants. Analyt. Chem., 26:418-421.
- HAAS, A.R.C., 1944 - The turmeric determination of water-soluble boron in soils of citrus orchards in California. Soil Sci., 58: 123-137.
- JACKSON, M.L., 1958 - Soil Chemical Analysis. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey, 498 pp.
- Mc CLUNG, A.C. & J.E. DAWSON, 1951 - Some studies on the behavior of soil boron under cropping. Soil Sci. Soc. Am. Proc., 15: 268-272.
- ROSSETTO, A.J., 1966 - A determinação colorimétrica do boro pelo método da curcumina. Relatório nº 3 apresentado à FAPESP. 4 pp (datilografado).
- SWAINE, D.J., 1955 - The trace-element content of soils. Commonwealth Bureau of Soil Science, Technical Communication nº 48. Herald Printing Works, Coney St. York, England. 157 pp.
- WEAR, J.I., 1965 - Boron. Em: Methods of Soil Analysis, part 2, Editado por C.A. Black. American Society of Agronomy, Inc. Publisher. Madison, Wisconsin, USA. pp. 1059-1063.