

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

Rita Carla Boeira<sup>1</sup>, Bernardo van Raij<sup>2</sup>, Viviane Cristina Bettanin Maximiliano<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio Ambiente – Caixa Postal 69 – Jaguariúna, SP, CEP: 13820-000; e-mail: rcboeira@cnpma.embrapa.br; <sup>2</sup>Instituto Agrônômico – Caixa Postal 28 – Campinas, SP, CEP: 13001-970

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, e que determina a acidez trocável) em extratos de solo em  $\text{NH}_4\text{Cl}$  é inviável. Isso se deve ao efeito tampão exercido pelo  $\text{NH}_4\text{Cl}$  na faixa alcalina de pH, impedindo 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), que determina especificamente o Al trocável.

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 proposto por Pritchard (1967) para uso na determinação de alumínio em solos. Esse método baseia-se na complexação dos íons  $\text{Al}^{3+}$  em solução pelo xilenol, sendo a leitura da cor (amarelada) feita em espectrofotômetro. Duriez & Johas (1982), trabalhando com amostras de solos brasileiros, confirmaram a simplicidade de execução e a precisão desse método. Para laboratórios que processam grande número de amostras, Coscione et al. (2001) descreveram um protocolo analítico para o elemento.

O presente trabalho teve como objetivo comparar os métodos de titulometria e de espectrofotometria na determinação de teores de alumínio trocável extraído do solo com KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$  em diversos solos brasileiros.

Foram utilizadas 43 amostras de solos (Argissolos e Latossolos), as quais foram secas ao ar e passadas em peneira com abertura de malhas de 2 mm. As extrações de Al foram feitas em duplicata com KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$ , 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 durante 5 min, à velocidade de  $120 \text{ ciclos min}^{-1}$ . 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



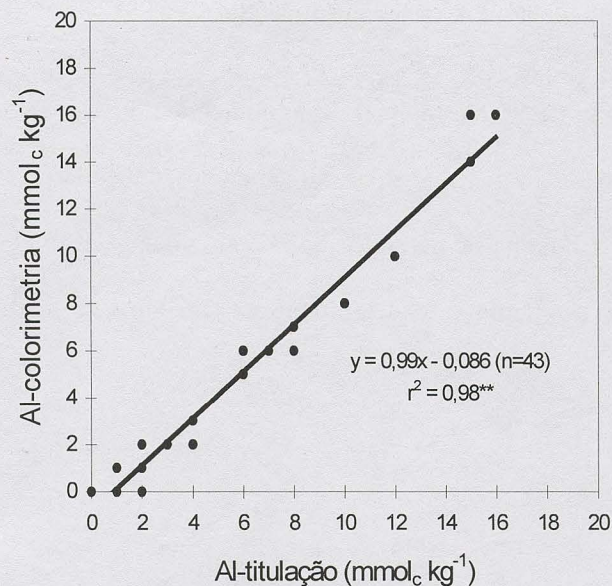
filtração. O teor de Al nos extratos foi avaliado por espectrofotometria utilizando-se o método do alaranjado de xilenol com leitura da cor em  $\lambda = 555 \text{ nm}$ , como descrito por Coscione et al. (2000) e por titulação com solução de NaOH  $0,025 \text{ mol L}^{-1}$  como titulante e azul 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 (um), respectivamente, com limite de confiança a 95% (Miller & Miller, 1984). Os dados também foram comparados de forma pareada pelo teste “t”.

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  $1 \text{ mol L}^{-1}$ , com os valores dos parâmetros “a”, “b” e “R<sup>2</sup>” (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  $0,086 \text{ mmol}_e \text{ kg}^{-1}$  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. Assim, 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  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .





**Figura 1. Relação entre teores de alumínio extraído de 43 solos brasileiros com KCl 1 mol L<sup>-1</sup> e determinados pelos métodos espectrofotométrico e titulométrico. \*\*: significativo (P<0,01).**

Na determinação de alumínio extraído do solo com solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup>, a titulação com solução diluída de NaOH resulta em valores maiores que os determinados por espectrofotometria pelo método do alaranjado de xilenol.

#### Literatura Citada

- 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.
- 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. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v.31, p.2027-2037, 2000.
- 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.
- 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).
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA – EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. Manual de Métodos de Análise de Solo. 2.ed. Rio de Janeiro, 1997. 212 p. (Embrapa – CNPS. Documentos, 1).
- MILLER, J.C. & MILLER, J.N. Statistics for analytical chemistry. Chichester, Ellis Horwood, 1984. 202p.
- OTOMO, M. The spectrophotometric determination of aluminum with xylenol orange. Bull. Chem. Soc. Japan, 36:809-813, 1963.
- PRITCHARD, D.T. Spectrophotometric determination of aluminum with xylenol orange. Analyst, 92:103-106, 1967.