

## Otimização do método de Mebius e comparação com o método de Walkley-Black na determinação de matéria orgânica do solo

Fernanda R. M. Abreu<sup>1</sup> (IC)\*, Diego M. Souza (TC)<sup>2</sup>, Ivã Matsushige<sup>2</sup> (TC), Wesley G. O. Leal<sup>2</sup> (TC), Beáta E. Madari<sup>2</sup> (PQ), fernanda\_rma@hotmail.com

<sup>1</sup>UnUCET, Universidade Estadual de Goiás (UEG), BR 15, Km 9, Anápolis /GO, 75001-970

<sup>2</sup>EMBRAPA, Centro Nacional de Pesquisa de Arroz e Feijão, GO 462, Km 12, Sto. Antônio de Goiás/GO, 75375-000

Palavras Chave: solo, planejamento experimental, espectrofotometria, eficiência, exatidão.

### Introdução

Na determinação da matéria orgânica do solo (MOS) é utilizado principalmente o método de Walkley-Black. O princípio deste é a oxidação da MOS por ação de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  em meio ácido. Contudo, o aquecimento do meio é transitório e é gerado apenas pela adição e dissolução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  P.A no meio. Por isso, a oxidação não é completa, sendo oxidado apenas a parte mais lábil da MOS, deficiência que é corrigida por um fator ( $f$ ) de 1,33.<sup>1</sup>

Anne (1945) e Mebius (1960) propuseram a oxidação da MOS com temperatura controlada a 150°C, pois acima disso ocorre decomposição do  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Assim, foi possível eliminar o  $f$  1,33.<sup>1</sup>

Preocupados em diminuir o consumo de reagentes e a geração de resíduos, otimizou-se as condições experimentais do método de Mebius através de um planejamento experimental <sup>2</sup>, com os fatores volume de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  P.A (1,0 e 2,0 mL) e tempo sob temperatura controlada (2,0 e 2,5 h). Comparou-se os resultados obtidos pelo método de Mebius otimizado e o método de Walkley-Black.

### Resultados e Discussão

Foram utilizados tubos de cultura com 16 mm de diâmetro e com tampa rosqueável para realizar a oxidação (digestão) em sistema fechado e sob temperatura de 150°C. Adicionou-se a cada tubo 0,200g de amostra de solo, 4,0 mL de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,167 mol.L<sup>-1</sup>, e o  $\text{H}_2\text{SO}_4$  P.A nos níveis 1,0 e 2,0 mL. Como alternativa operacional realizou-se determinação espectrofotométrica em 590 nm, através da coloração esverdeada do  $\text{Cr}^{3+}$  formado na reação de oxi-redução. Ao final da digestão o volume final foi ajustado para 12,0 mL, as amostras centrifugadas, e as leituras foram realizadas no próprio tubo de cultura. Para calibração foi avaliada a utilização das seguintes substâncias orgânicas puras: acetanilida, glicose, sacarose, e citrato de sódio. Decidiu-se utilizar a glicose porque esta apresentou menor resistência à oxidação. Foram preparados padrões de glicose com 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 e 1,0 g.L<sup>-1</sup> de carbono orgânico. A curva de calibração por ajuste linear apresentou  $r^2 = 0,9986$ .

As análises foram realizadas em duplicata, para se ter uma estimativa do erro experimental. Testes  $t$ ,

com  $v = 4$  e 95% de confiança, foram usados na avaliação de quais efeitos são significativos. Nenhum efeito de interação foi significativo, o fator volume de ácido foi positivo, e o fator tempo de digestão negativo. Os resultados demonstraram que é possível ter a mesma recuperação de MOS diminuindo a quantidade de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  e aumentando o tempo de digestão.

Na segunda etapa do estudo, comparou-se os resultados entre os métodos de Mebius otimizado e o de Walkley-Black através da análise de 7 amostras de solo diversificadas. Neste último método, são utilizados por amostra: 20,0 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  P.A, 10,0 mL de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,167 mol.L<sup>-1</sup>, e volume final de resíduo gerado é de 280,0 mL/amostra. Esta comparação, tabela 1, demonstra que o  $f$  1,33 para corrigir os teores obtidos pelo método de Walkley-Black variou de 1,06 a 1,70 entre as amostras analisadas, colocando em descrédito a reprodutibilidade da eficiência deste método e sua capacidade de indicar com exatidão o teor de MOS.

**Tabela 1.** Paralelo entre os métodos de Mebius otimizado e de Walkley-Black

Método de	Amostras de solo, teor de MOS (g/kg)						
	1	2	3	4	5	6	7
Walkley-Black (W-B)	20,80	15,10	34,00	13,35	10,74	29,67	60,58
Mebius (D)	29,80	20,76	41,97	20,25	18,31	41,63	64,23
$f$ (W-B / D)	1,43	1,37	1,23	1,52	1,70	1,40	1,06

### Conclusões

Com base nos resultados do planejamento fatorial reduziu-se a quantidade de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilizada no método de Mebius sem diminuir a recuperação de MOS. Este método demonstrou maior operacionalidade, melhor exatidão, menor consumo de reagentes e geração de um volume menor de resíduo, quando comparado ao método mais difundido para determinação de MOS, que é o de Walkley-Black.

<sup>1</sup> Pansu, M.e Gautheryrou, J. *Handbook of soil analysis: Mineralogical, organic and inorganic methods*. Maur des Fossés: Springer, 2003.