



## C A P Í T U L O 3

# Curva de absorção e de calibração do azul de molibdênio na análise de fósforo no solo

**Maria Paula Santa Ritta Amancio**

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

**Magnison dos Santos**

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

**Maria Amelia de Pinho Barbosa Hohlenweger**

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

**Francisco de Souza Fadigas**

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

**Resumo:** Para efetuar a leitura da absorvância do complexo azul formado pelo Fósforo (P), pelo método de determinação do azul de molibdênio, diferentes comprimentos de onda são sugeridos na literatura, de acordo com a fonte do método. O objetivo desta pesquisa foi estudar o espectro de absorção do complexo azul de molibdênio, a fim de determinar o comprimento de onda de máxima absorção de luz e comparar as curvas de calibração para o P, obtidas a 660 e 720 nm. Foi avaliada a resposta do complexo fosfomolibdico, medida em absorvância, em soluções contendo 2 e 4 mg L<sup>-1</sup> de P, utilizando intervalos de comprimento de onda de 20 nm, na faixa espectral de 400 a 800 nm. Os dados obtidos foram plotados em uma curva de resposta do tipo comprimento de onda x absorvância, para as duas concentrações de P. O efeito do comprimento de onda na sensibilidade da curva de calibração foi averiguado, construindo duas curvas com as soluções padrão de P de concentração 0,5 a 2,0 mg L<sup>-1</sup> (meia curva - MC) e de 1 a 4 mg L<sup>-1</sup> (curva completa - CC). O teor de P foi analisado em seis amostras de solo dos Tabuleiros Interiores do Recôncavo Baiano e suas médias calculadas usando a inclinação da MC e da CC. A representação gráfica do espectro de absorção de luz permitiu identificar o comprimento de onda 720 nm, como ponto de máxima absorção para o complexo azul de molibdênio. O valor da

inclinação (coeficiente angular) da curva de calibração a 720 nm foi numericamente maior que a obtida a 660 nm, o que confirma que as soluções padrão coloridas em azul absorveram mais luz característica a 720 nm do que a 660 nm. Os teores de P disponíveis no solo foram maiores quando o elemento foi quantificado usando a inclinação da curva de calibração a 720 nm. Pode-se concluir que o comprimento onda a 720 nm é o mais indicado para o complexo do azul de molibdênio e que a curva de calibração obtida com as leituras a 660 nm é menos sensível do que a obtida a 720 nm.

**Palavras-chave:** absorção máxima; comprimento de onda; espectro de absorção; espectrofotometria.

### Absorption and calibration curve for molybdenum blue in soil phosphorus analysis

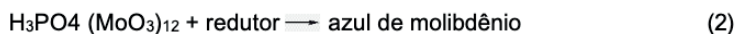
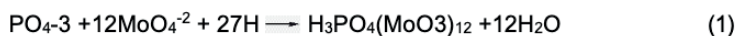
**Abstract:** To measure the absorbance of the blue complex formed by Phosphorus (P) using the molybdenum blue method, different wavelengths have been suggested in the literature, depending on the source of the method. The objective of this study was to analyze the absorption spectrum of the molybdenum blue complex in order to determine the wavelength of maximum light absorption and to compare the calibration curves for P obtained at 660 and 720 nm. The response of the phosphomolybdic complex, measured in absorbance, was evaluated in solutions containing 2 and 4 mg L<sup>-1</sup> of P, using wavelength intervals of 20 nm within the spectral range of 400 to 800 nm. The data were plotted as wavelength versus absorbance response curves for both P concentrations. The effect of wavelength on calibration curve sensitivity was assessed by constructing two curves using P standard solutions: a half-range curve (0.5 to 2.0 mg L<sup>-1</sup>) and a full-range curve (1.0 to 4.0 mg L<sup>-1</sup>). The P content was analyzed in six soil samples from the Inland Tablelands of the Recôncavo Baiano, and the means were calculated using the slopes of both the half and full calibration curves. The graphical representation of the light absorption spectrum allowed the identification of 720 nm as the wavelength of maximum absorption for the molybdenum blue complex. The slope (angular coefficient) of the calibration curve at 720 nm was numerically higher than that obtained at 660 nm, confirming that the blue-colored standard solutions absorbed more characteristic light at 720 nm than at 660 nm. The available P content in the soil was higher when the element was quantified using the slope of the calibration curve at 720 nm. It can be concluded that 720 nm is the most appropriate wavelength for the molybdenum blue complex, and that the calibration curve obtained with readings at 660 nm is less sensitive than the one obtained at 720 nm.

**Keywords:** maximum absorption; wave-length; absorption spectrum; spectrophotometry.

## 1. INTRODUÇÃO

Quando uma solução absorve um comprimento de onda específico da luz visível, conhecido como luz monocromática, a energia radiante do feixe de luz que atravessa o sistema diminui. A resposta aos comprimentos de luz incidente sobre uma substância pode, então, ser estudada por meio do espectro de absorção de luz. Esse espectro consiste em uma representação gráfica da absorvância (A) em função dos comprimentos de onda aplicados à substância em solução, permitindo a seleção do comprimento de onda ideal para medições analíticas (Skoog *et al.*, 2006; Harris; Barcia, 2012). Cada substância apresenta uma resposta característica à luz incidente, expressa por sua absortividade molar, a qual indica a quantidade de luz absorvida em um comprimento de onda específico (Vogel *et al.*, 2002).

A determinação do P extraído com Mehlich-1 se baseia na reação entre os íons ortofosfato (PO<sup>-3</sup>) com o molibdato (MoO<sup>-2</sup>) em meio fortemente ácido, o qual é reduzido à azul de molibdênio (equações 1 e 2), cuja intensidade da cor azul formada é proporcional à concentração de íons fosfato presentes na solução (Malavolta *et al.*, 1997; Nogueira; Souza, 2005). Este complexo pode ser quantificado por espectrofotometria na região visível do espectro (UV-VIS), em determinado comprimento de onda (Holler *et al.*, 2009).



Para realizar a leitura da absorvância do complexo azul formado pelo fósforo (P), no método de determinação pelo azul de molibdênio, diferentes comprimentos de onda são sugeridos na literatura. De acordo com o *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Teixeira *et al.*, 2017), as medições devem ser realizadas em espectrofotômetro UV-VIS, utilizando um filtro vermelho com comprimento de onda de 660 nm, sendo esta recomendação adotada por outros autores como Tedesco *et al.* (1995), Nogueira e Souza (2005), Santos, Silva e Griebeler (2014) e Neves (2019).

Outro método para a determinação de fósforo (P) em solos recomenda realizar a leitura da absorvância em espectrofotômetro a 725 nm (Braga; Defelipo, 1974; Meneghetti, 2018). No método de determinação de P utilizando solução sulfobismuto-molibdica, Catani e Nakamura (1971) realizaram leituras em colorímetro, empregando comprimentos de onda entre 620 e 640 nm. Outros autores, trabalhando com o método do fosfoantimônio-molibdênio (Raij; Quaggio, 2001; Raij *et al.*, 1987; Ferreira; Cruz; Ferreira Júnior, 1990), sugerem que as leituras para P sejam efetuadas a 720 ou 885 nm em espectrofotômetro, obtendo-se assim maior sensibilidade.

No estudo da absorção de luz por substâncias em solução também é possível construir uma curva de calibração, ou curva padrão, que relaciona a leitura instrumental da cor com a concentração do analito na solução (Vogel *et al.*, 2002). A curva de calibração na espectrofotometria pode ser descrita por uma equação do tipo  $y = ax + b$  (Harris, 2012), sendo que a análise do valor da inclinação ( $a$  = coeficiente angular) da curva de calibração permite identificar a qual comprimento de onda as soluções padrão coloridas são mais sensíveis. Por meio do gráfico é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de conversão de valores de absorvância em concentração. Utilizando-se métodos estatísticos é possível também verificar a identidade de modelos de regressão e determinar se estes são ou não semelhantes (Regazzi, 1992; Alves, 2016).

O objetivo desta pesquisa foi estudar o espectro de absorção do complexo azul de molibdênio, a fim de determinar o comprimento de onda de máxima absorção de luz, e comparar, em termos de sensibilidade, as curvas de calibração obtidas a 660 e 720 nm na quantificação do P em amostras de solo.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Obtenção da curva de absorção de complexo fosfomolíbido

Para a elaboração de uma curva de resposta do complexo fosfomolíbido em diferentes comprimentos de onda, foram medidas as absorvâncias de soluções contendo 2 e 4  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de fósforo (P) em um espectrofotômetro UV-VIS. As medições foram realizadas em intervalos de 20 nm, na faixa espectral de 400 a 800 nm. As soluções de P foram preparadas conforme as orientações descritas no *Manual de Métodos de Análise de Solos* (Teixeira *et al.*, 2017).

No preparo das soluções, utilizou-se água deionizada tipo II (condutividade elétrica  $\leq 1 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ), e as vidrarias foram previamente descontaminadas com solução de HCl a 20%. As misturas foram preparadas em tubos de ensaio de 15 mL com tampa rosqueada, contendo 2,5 mL da solução padrão, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. Após o preparo, as amostras foram transferidas para cubetas de vidro de 3,5 mL, com caminho ótico de 10 mm.

As leituras foram realizadas entre 40 e 60 minutos após a adição do ácido ascórbico, momento em que as soluções apresentaram coloração definitiva (Santos; Silva; Griebeler, 2014; Silva, 2018). As medidas de absorvância foram feitas em triplicata. Os dados obtidos foram plotados em uma curva de resposta do tipo comprimento de onda (nm) x absorvância, para as duas concentrações de P, representando a média das absorções nos comprimentos de onda ( $\lambda$ ) de 660 e 720 nm.

## 2.2 Preparo das curvas de calibração de P

Para a obtenção das curvas de calibração, foram utilizadas duas séries de soluções padrão de fósforo (P): uma denominada Meia Curva (MC), com concentrações de 0,0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mg·L<sup>-1</sup>, e outra denominada Curva

Completa (CC), com concentrações de 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 mg·L<sup>-1</sup>. As leituras foram realizadas em espectrofotômetro UV-VIS, nos comprimentos de onda de 660 nm e 720 nm.

O ajuste do zero do aparelho foi feito utilizando uma solução em branco, composta por 2,5 mL do extrator Mehlich-1 (HCl 0,05 mol·L<sup>-1</sup> e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,025 mol·L<sup>-1</sup>), 5,0 mL de molibdato de amônio diluído e 15 mg de ácido ascórbico, correspondente à metade da quantidade de reagentes recomendada no método descrito por Teixeira *et al.* (2017). As medidas de absorvância foram realizadas em triplicata, no intervalo de 40 a 60 minutos após a adição do ácido ascórbico.

Os resultados das leituras foram representados em gráficos de dispersão, utilizando os valores médios das triplicatas. As equações de regressão ( $y = ax + b$ ) foram construídas em planilhas eletrônicas, considerando o ponto (0; 0) como intercepto. Os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) foram calculados para cada modelo, e as inclinações das retas foram comparadas por análise de variância (ANOVA), a fim de avaliar o grau de semelhança entre elas.

## 2.3 Efeito dos comprimentos de onda na quantificação de P em amostras de solo

O estudo avaliou o efeito das curvas de calibração nos comprimentos de onda de 660 e 720 nm na quantificação dos teores de fósforo (P) extraídos do solo com solução Mehlich-1 (HCl 0,05 mol·L<sup>-1</sup> e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,025 mol·L<sup>-1</sup>). Para isso, foram analisadas seis amostras de TFSA de classes de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, coletadas em áreas não cultivadas. As amostras, provenientes da camada superficial (0 a 20 cm), apresentavam diferentes teores de argila, fator que influencia a eficiência do extrator Mehlich-1 na extração de P (Tedesco *et al.*, 1995), além de variações nos teores de P disponível. Os solos analisados incluíram: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PADx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LADx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LADx1).

Quatro das amostras foram coletadas em área da UFRB, e compõe uma topossequência situada às margens de uma das estradas de acesso ao açude, região denominada de cascalheira. Outras duas foram coletadas no NEAS (Núcleo de Engenharia de Água e Solo) e em área próxima da Escola Joaquim Medeiros. Nas Tabelas 1 e 2 são apresentadas algumas características físicas e químicas destes solos.

Os resultados das análises para o teor de P no solo foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA), utilizando o pacote Statistica v. 7 (StatSoft, 2004).

**Tabela 1.** Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C<sub>Org</sub>) de solos representativos dos Tabuleiros Interiores do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade

Solo	Localização		Granulometria (g Kg <sup>-1</sup> )			C <sub>Org</sub> (g kg <sup>-1</sup> )
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39' 40,5	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

**Tabela 2.** Resultados das análises químicas dos solos representativos Tabuleiros Interiores do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade.

solos utilizados no estudo						
Característica química	Amostra de solo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H <sub>2</sub> O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm <sup>-3</sup> )	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm <sup>-3</sup> )	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm <sup>-3</sup> )	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm <sup>-3</sup> )	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+ Mg (cmolc dm <sup>-3</sup> )	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm <sup>-3</sup> )	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm <sup>-3</sup> )	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al + H (cmolc dm <sup>-3</sup> )	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB <sup>1</sup> (cmolc dm <sup>-3</sup> )	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC <sup>2</sup> (cmolc dm <sup>-3</sup> )	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V <sup>3</sup> (%)	35	31	27	31	54	20
MO <sup>4</sup> (g kg <sup>-1</sup> )	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: <sup>1</sup>SB - soma de bases; <sup>2</sup>CTC – capacidade de troca de cátions; <sup>3</sup>V – saturação por bases;

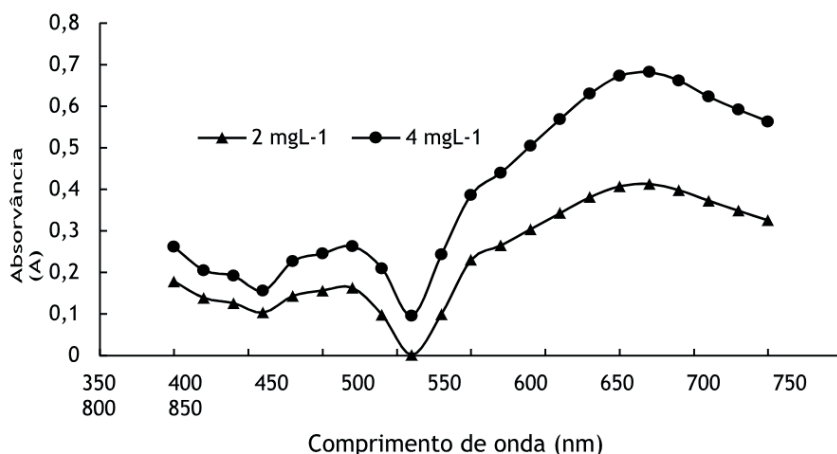
<sup>4</sup>MO – matéria orgânica do solo.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Análise da curva de absorção de complexo fosfomolibdico

A representação gráfica do espectro de absorção de luz do azul de molibbdênio, na faixa espectral entre 400 e 800 nm, é apresentada na Figura 1. A análise da curva de absorção revelou que o comprimento de onda de 720 nm corresponde ao ponto de máxima absorção para os padrões contendo o complexo azul de molibbdênio, nas concentrações equivalentes a 2 e 4 mg L<sup>-1</sup> de P.

**Figura 1.** Espectro de absorção de luz do azul de molibbdênio, nas concentrações equivalentes a 2 e 4 mg L<sup>-1</sup> de P, medidos em intervalos de 20 nm e ajuste do zero com solução extratora Mehlich-1



Autor: Francisco Fadigas

Ao longo do tempo, diversos autores têm considerado o comprimento de onda de 660 nm como o mais adequado para a determinação de fósforo (P) em metodologias que utilizam o extrator Mehlich-1, com o objetivo de quantificar o fósforo assimilável ou disponível no solo. Para compreender essa recomendação, é necessário retornar ao estágio de desenvolvimento das pesquisas sobre P no solo e à tecnologia instrumental disponível na época em que tais métodos de análise foram estabelecidos.

Estudos realizados por autores como Vettori (1969), Catani e Nakamura (1971), EMBRAPA (1979), Raji *et al.* (1987) e Ferreira, Cruz e Ferreira Júnior (1990) referem-se ao uso de colorímetros fotoelétricos, fotocolorímetros ou fotômetros de filtro. Esses equipamentos empregavam filtros ópticos, como lâminas de vidro ou películas de gelatina, com bandas de absorção correspondente ao que se acreditava ser o

comprimento de onda ideal para as determinações de P. Com o avanço tecnológico, tais dispositivos foram gradualmente substituídos por espectrofotômetros, que oferecem a capacidade de analisar uma ampla faixa do espectro eletromagnético, abrangendo não apenas a região da luz visível (400 a 780 nm), mas também as regiões do ultravioleta (UV) e do infravermelho (IV). Enquanto os fotômetros isolam comprimentos de onda específicos por meio de filtros de cor, os espectrofotômetros permitem a medição em toda a extensão do espectro visível e em comprimentos de onda fora dessa faixa (Raij *et al.*, 1987; Vogel *et al.*, 1992; Skoog *et al.*, 2006; Harris, 2012; Silva, 2018).

Consideramos que as limitações dos instrumentos disponíveis na época do desenvolvimento dos primeiros métodos fotométricos para determinação de P no solo podem ter levado à crença de que 660 nm era o comprimento de onda mais sensível para a absorção de luz por soluções padrão do complexo fosfomolibdico (azul de molibdênio). Contudo, os resultados deste estudo indicam que, acima de 660 nm, o complexo azul continua apresentando aumento na Absorvância (A), com incrementos significativos até 720 nm, quando, então, os incrementos tornam-se decrescentes (Figura 1).

Outro aspecto relevante da curva de absorção do fósforo está relacionado à reprodutibilidade dos resultados em função da concentração do complexo azul de molibdênio em solução. A Figura 1 demonstra que, independentemente da concentração utilizada, a resposta aos comprimentos de onda incidentes sobre a solução padrão gera uma curva com características de absorção consistentes. Nessa curva, é possível identificar o comprimento de onda de 720 nm como o ponto de maior absorção de luz. Este achado está em conformidade com os princípios estabelecidos para estudos em espectrofotometria, amplamente discutidos na literatura de análise instrumental (Skoog *et al.*, 2006; Harris, 2012).

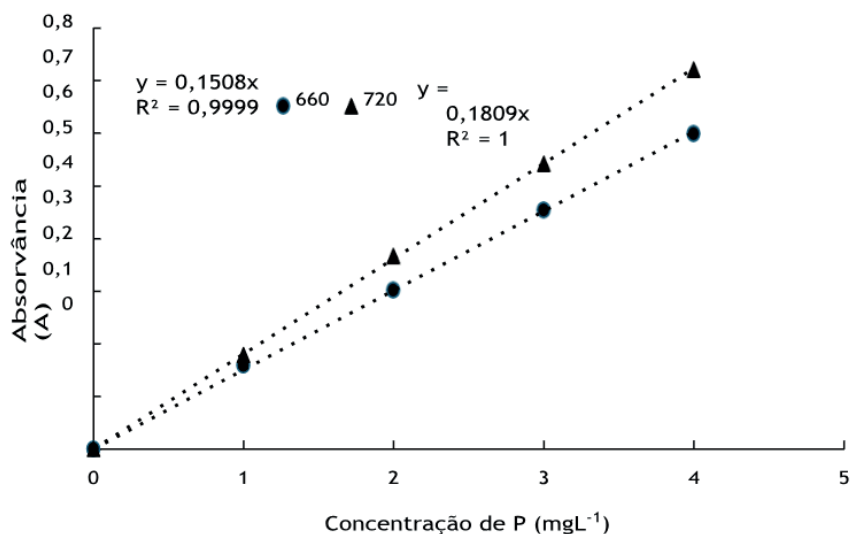
### 3.2 Análise comparativa das curvas de calibração de P

Ao analisar a inclinação (coeficiente angular) da curva de calibração a 720 nm (Figura 2), observa-se que este valor foi numericamente superior ao obtido a 660 nm, nas curvas preparadas com os padrões de 0,0, 1,0, 2,0, 3,0 e 4,0 mg L<sup>-1</sup> de P (CC). Esses resultados indicam que, no comprimento de onda de 720 nm, as soluções padrão contendo fósforo apresentaram maior absorção de luz característica em comparação a 660 nm (Figura 2). Vale destacar que o comprimento de onda de 660 nm é o recomendado no método de análise de P no solo, conforme o *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Teixeira *et al.*, 2017).



Nas curvas de calibração, também é possível observar um aumento proporcionalmente maior nas diferenças da intensidade de resposta (A) à medida que a concentração de P nos padrões aumenta. Este comportamento evidencia uma perda progressiva do sinal analítico com o aumento da concentração de P, indicando que o comprimento de onda 660nm é menos adequado para curvas de calibração elaboradas com padrões de P até 4 mg L<sup>-1</sup>.

**Figura 2.** Comparação gráfica entre curvas de calibração completas obtidas a 660 e 720 nm

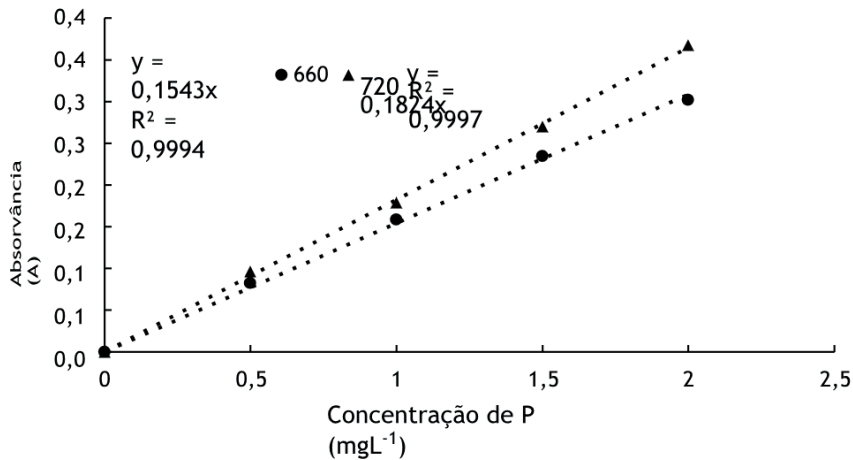


Autor: Francisco Fadigas

A análise das curvas geradas a partir das absorvâncias medidas utilizando os padrões de 0,0, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L<sup>-1</sup> de P (meia curva - MC) revelou um comportamento similar ao observado para a curva de calibração completa (CC) (Figura 3). O coeficiente angular da equação linear foi maior a 720 nm em comparação a 660 nm, indicando que as medidas de absorvância a 720 nm são mais sensíveis, mesmo utilizando padrões de calibração com limite máximo equivalente à metade da concentração recomendada pelo método (Teixeira *et al.*, 2017).

Os coeficientes de determinação (R<sup>2</sup>) das curvas a 660 nm e 720 nm confirmam a qualidade do ajuste dos modelos matemáticos, pois, em ambos os casos, os valores foram muito próximos de 1. Esse resultado reforça a capacidade do modelo linear de explicar as variações de y, variável dependente, neste caso, a absorvância. Quanto mais próximo o valor de R<sup>2</sup> estiver da unidade, melhor é o ajuste do modelo (Skoog *et al.*, 2006; Augusto; Andrade; Custodio, 2018).

Figura 3. Comparação gráfica entre meias curvas de calibração obtidas a 660 e 720 nm



Autor: Francisco Fadigas

### 3.3 Quantificação de P em amostras de solo a 660 e 720 nm

Os valores de P ( $\text{mg dm}^{-3}$ ), obtidos nas amostras de solo, foram submetidos à análise de variância (ANOVA), revelando que as variáveis *solo* e *comprimento de onda* ( $\lambda$ ) tiveram efeito significativo ( $p \leq 0,05$ ). As probabilidades (níveis de significância) associadas ao comprimento de onda foram de 0,011 para a curva CC e 0,039 para a curva MC, respectivamente (Tabela 3 e 4).

Tabela 3. ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo1 para a curva completa ( $p=0,05$ )

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Solo	172,4225	5	34,4845	943,64	0,000
Comprimento de onda	0,2794	1	0,2794	7,65	0,011
SoloxComprimento	0,1188	5	0,0238	0,65	0,664
Resíduo	0,8771	24	0,0365		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: <sup>1</sup> Extração realizada com agitação a 180 opm e curva de calibração composta por padrões de 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0  $\text{mg.L}^{-1}$  (curva completa - CC)

**Tabela 4.** ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo<sup>1</sup> para a meia curva (p=0,05)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Solo	171,0420	5	34,2084	941,32	0,000
Comprimento de onda	0,1732	1	0,1732	4,77	0,039
SoloxComprimento	0,1553	5	0,0311	0,85	0,525
Resíduo	0,8722	24	0,0363		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: <sup>1</sup> Extração realizada com agitação a 180 opm e curva de calibração composta por padrões de 0,0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mg·L<sup>-1</sup> (meia curva - MC)

Os solos em estudo, de modo geral, são considerados de baixa fertilidade (Tabela 2). Eles apresentam acidez elevada a muito elevada, baixo teor de matéria orgânica (MO), acidez baixa a mediana, saturação por bases (SB) muito baixa a baixa, capacidade de troca catiônica (CTC) variando de média a boa, teores de K de muito baixo a médio e de P de muito baixo a baixo, de acordo com os parâmetros de interpretação de fertilidade do solo descritos pela Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais (1999).

Os resultados dos teores de fósforo (P) no solo estão apresentados nas Tabelas 5 e 6.

**Tabela 5.** Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda ( $\lambda$ ) utilizado para medidas das absorvâncias da meia curva (MC1)

Solo	P (mg dm <sup>-3</sup> )	
	660 nm	720 nm
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	4,0 ± 0,27 <sup>2</sup>	4,1 ± 0,16
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	4,9 ± 0,21	5,0 ± 0,06
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	4,2 ± 0,29	4,3 ± 0,14
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	2,8 ± 0,10	3,1 ± 0,03
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	8,8 ± 0,26	8,7 ± 0,31
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	1,6 ± 0,10	1,9 ± 0,06

Autor: Francisco Fadigas

Nota: <sup>1</sup>Curva de calibração obtida com uso dos padrões 0,0, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L<sup>-1</sup>.

<sup>2</sup>Média ± desvio padrão

**Tabela 6.** Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda utilizado para medidas das absorvâncias da curva completa (CC<sup>1</sup>)

Solo	P (mg dm <sup>-3</sup> )	
	660 nm	720 nm
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	4,1 ± 0,28 <sup>2</sup>	4,1 ± 0,16
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	5,0 ± 0,21	5,0 ± 0,06
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	4,3 ± 0,30	4,3 ± 0,14
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	2,9 ± 0,10	3,1 ± 0,03
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	9,0 ± 0,27	8,8 ± 0,31
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	1,6 ± 0,10	1,9 ± 0,06

Autor: Francisco Fadigas

Nota: <sup>1</sup>Curva de calibração obtida com uso dos padrões 1,0, 2,0, 3,0 e 4,0 mg L<sup>-1</sup>

<sup>2</sup>Média ± desvio padrão

Independentemente de o cálculo do teor de fósforo (P) no solo considerar a inclinação da reta gerada com os padrões da MC ou da CC, os valores obtidos a partir das leituras de absorvância realizadas a 720 nm foram estatisticamente superiores aos encontrados a 660 nm (Tabelas 5 e 6). No entanto, esses resultados devem ser interpretados com cautela, pois foram obtidos com um conjunto limitado de amostras de solo, que não necessariamente representa toda a diversidade de características físicas e químicas presentes no ambiente natural.

O uso de um “branco do reagente”, composto pelo solvente/extrator e pelos demais reagentes utilizados no preparo da amostra para leitura, permite corrigir possíveis interferências causadas pela matriz (Skoog *et al.*, 2006). No entanto, outras fontes de interferência ainda podem ocorrer, relacionadas à diversidade da composição química do solo, que podem modificar o sinal de resposta (absorvância), dependendo do comprimento de onda utilizado na quantificação.

#### 4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados encontrados pode-se concluir que o comprimento de onda 720 nm é o mais adequado para avaliar a resposta analítica do complexo do azul de molibdênio, pois corresponde ao ponto de máxima absorção de luz. Além disso, a curva de calibração gerada a partir das leituras de absorvância a 720 nm demonstra maior sensibilidade em termos de resposta aos padrões de calibração, do que a obtida a 660nm.

## 5. REFERÊNCIAS

- ALVES, S. A. A. **Comparação entre métodos colorimétricos de dosagem de fósforo**. 2016. 22 f. Monografia (Graduação em Engenharia Agrônoma) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2016.
- AUGUSTO, F.; ANDRADE, J. C. A.; CUSTODIO, R. Faixa linear de uma curva de calibração. **Revista Chemkeys**, n. 3, p. 1-8, set. 2018. Disponível em: <https://econtents.bc.unicamp.br/inpec/index.php/chemkeys/article/view/9627>. Acesso: 23 nov. 2024.
- BRAGA J. M.; DEFELIPO, B. V. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solo e material vegetal. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 21, n.113, p.73-85, 1974.
- CATANI, R. A.; NAKAMURA, P. N. Extração do fósforo nativo e do adicionado ao solo com várias soluções. **Anais da ESA “Luiz de Queiroz”**, Piracicaba, v. 28. p. 297-312, 1971.
- COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS. Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais - 5ª Aprox. Ribeiro, A. C.; Guimarães, P. T. G; Alvarez V., V. H., Editores. Viçosa, MG: CFSEMG, 1999. 359p.
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, RJ: EMBRAPA-SNLCs, 1979.
- FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P. da; FERREIRA JUNIOR, M. E. **Avaliação da fertilidade empregando o sistema IAC de análise de solo**. Jaboticabal, SP: FCAV, 1990. 94 p.
- HARRIS, D. C.; BARCIA, O. E. **Análise Química Quantitativa**. 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2012. 920p.
- HOLLER, F. J. *et al.* **Princípios de análise instrumental**. 6. ed. Porto Alegre, RS: Bookman, 2009. 1056 p.
- MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações**. 2. ed. Piracicaba, SP: POTAFOS, 1997. 319 p.
- MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes**. Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252 p.
- NEVES, D. K. P. **Determinação de fósforo no solo por espectrofotometria no UV-VIS**. 2019. 34 f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Itacoatiara, 2019.

NOGUEIRA, A. R. A.; SOUZA, G. B (eds.). **Manual de Laboratórios: Solo, Água, Nutrição Vegetal, Nutrição Animal e Alimentos**. São Carlos, SP: Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. 334 p.

RAIJ, B. van *et al.* **Análise química de solos para fins de fertilidade**. Campinas, SP: Fundação Cargill, 1987. 170p.

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A. Determinação de fósforo, cálcio, magnésio e potássio extraídos com resina trocadora de íons. *In*: RAIJ, B. V. *et al.* (Org.). **Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais**. Campinas, SP: Instituto Agrônômico, 2001. p. 189-199.

REGAZZI, A. J. Teste para verificar a identidade de modelos de regressão. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 31, n. 1, p. 1-17, 1996.

SANTOS, L. S.; SILVA, L. S.; GRIEBELER, G. Ácido ascórbico como agente redutor para a determinação de fósforo por colorimetria. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 44, n. 6, p. 1015-1018, 2014.

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167 p.

SKOOG, D. A; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8ª edição norte-americana. São Paulo, SP: Thomson, 2006. 999 p.

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 7. Tulsa, OK: StatSoft, 2004.

TEDESCO J. M. *et al.* **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. *et al.* **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro, RJ: Ministério da Agricultura, 1969. 34p. (Boletim Técnico n. 7)

VOGEL. A. I. *et al.* **Análise Química Quantitativa** . 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 462 p.