



Determinação de Molibdênio por espectrofotometria: é possível desprezar o Brij? ⁽¹⁾.

Larissa Grasiela de Arruda Ferreira Costa ⁽²⁾; Renato Lemos dos Santos ⁽³⁾; José de Arruda Barbosa ⁽⁴⁾; Rafaela Muniz Barbosa ⁽⁴⁾; Ricardo Torres da Silva ⁽⁴⁾; Raul Vitor de Souza Santos ⁽⁵⁾.

⁽¹⁾ Trabalho executado com recursos do IFPE e da UFRPE.

⁽²⁾ Estudante de Agronomia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco (IFPE) Campus Vitória de Santo Antão, Vitória de Santo Antão –PE, larissagrasielacosta@gmail.com; ⁽³⁾ Professor do IFPE Campus Vitória de Santo Antão; ⁽⁴⁾, ⁽⁴⁾, ⁽⁴⁾ Estudante de Agronomia do IFPE Campus Vitória de Santo Antão; ⁽⁵⁾ Estudante do curso técnico em Agropecuária do IFPE Campus Vitória de Santo Antão.

RESUMO: O Mo, um elemento traço do solo é um micronutriente requerido para as plantas, sendo absorvido em sua forma iônica, molibdato. Apesar de sua importância, os seus efeitos na produtividade são pouco estudados. Isso, também, pela dificuldade na sua determinação. A determinação de Mo no solo pode ser feita pelo método catalítico da reação do KI + H₂O₂, potencializada pelo Brij, para leitura em espectrofotômetro. Entretanto, o Brij é difícil acesso. Assim, o objetivo foi avaliar a influência do Brij na reação de KI e H₂O₂ para determinação de Mo, em diferentes tempos de reação e concentrações. Para isso, avaliou-se o efeito do Brij em soluções com diferentes concentrações de Mo (0; 0,05; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20 mg L⁻¹). A ainda o efeito do Brij e de diferentes tempos de reação (2, 5, 10, 15 e 20 min) de extrato de solo enriquecido com Mo. O Brij não alterou os valores de absorbância da concentração de Mo em soluções preparadas com água deionizada, podendo ser desprezado. No extrato do solo, o Brij potencializou os valores de absorbância, tendo contribuído para a estabilidade da reação.

Termos de indexação: Absorbância, espectrofotômetro, estabilização de leitura.

INTRODUÇÃO

O Mo, segundo nutriente menos requerido pela maioria dos vegetais, é principalmente absorvido como o íon molibdato (MoO₄²⁻) (Smith et. al., 1997). Nos vegetais desempenha papéis importantes no metabolismo, como regulação enzimática, tanto na atividade da redutase do nitrato quanto na atividade da nitrogenase bacteriana. Sendo nos vegetais estas enzimas responsáveis pela redução do NO₃⁻ a NO₂⁻ na rota de assimilação do N – NO₃⁻ e redução do N₂ a NH₃ em organismos que realizam a fixação biológica de N, respectivamente. Desta maneira, a disponibilidade de Mo no solo afeta diretamente o desenvolvimento e a produtividade das culturas.

Mesmo havendo o conhecimento da importância do Mo para as plantas (Brennan & Bolland, 2007; Santos, 2014; Oliveira, 2012), a utilização deste micronutriente em adubações para fins de nutrição vegetal ainda é escassa. A escassez do uso do Mo pode ser devido ao pequeno número de estudos sobre o seu uso, que por sua vez, pode ter relação com a dificuldade em determiná-lo (Fontes et al., 2000; Santos, 2012).

O Mo pode ser determinado em espectrômetro de absorção atômica. Mas, os níveis disponíveis no solo são baixos, não sendo detectados ao menos que o aparelho esteja acoplado em forno de grafite. Apesar de eficiente, essa determinação é pouco acessível devido ao elevado custo. A determinação de Mo em solução também pode ser realizada por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado, contudo, não para as concentrações de Mo disponíveis no solo, que se encontram abaixo do nível de detecção do método. Entretanto, o uso de um método menos oneroso tem sido realizado com sucesso, a espectrofotometria (Fontes et al. 2001; Santos, 2012).

A determinação do Mo pelo método catalítico da reação do KI + H₂O₂ e leitura em espectrofotômetro tem sido promissora, foi um procedimento basicamente desenvolvido e automatizado para amostras geológicas e biológicas por Fuge (1970). Fontes et al. (2000) afirma que a reação do NH₄F, KI + H₂O₂ é catalisada por MoO₄²⁻ e formas de iodo molecular, com a presença de Brij, um potencializador de leituras em espectrofotômetro. Entretanto, o Brij é um reagente oneroso e de difícil acesso.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do Brij na reação de KI e H₂O₂ para determinação de Mo, em diferentes tempos de reação e concentrações.

MATERIAL E MÉTODOS

A pesquisa foi desenvolvida no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco (IFPE) - Campus Vitória de Santo Antão e dividida



em duas etapas. Na primeira, foi avaliado o efeito do Brij em seis soluções com diferentes concentrações de Mo, preparadas com água, compondo o arranjo fatorial (2 x 6). Foram preparadas, para isso, soluções com água deionizada, com as concentrações de: 0; 0,05; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20 mg L⁻¹ de Mo, de acordo com metodologia descrita por Santos (2012).

Para a leitura dos valores de absorvância em laboratório, foram preparados os três reagentes de trabalho utilizados na determinação: o NH₄F 0,25% e o H₂O₂ 0,02%, sendo preparados com e sem Brij, que de acordo com Fontes et. al. (2000), deve-se acrescentar 12 gotas de Brij por litro; e ainda o KI a 0,25%. Para a leitura da solução em espectrofotômetro foram pipetados 3 mL de cada solução com Mo, em quatro repetições, sendo adicionado 1 mL de cada reagente na ordem de preparo descrita, com um intervalo de um minuto para cada amostra, esperando-se 10 min de reação após a adição do último reagente. Para a leitura da absorvância foi utilizado o comprimento de onda de 420 nm.

Para a segunda etapa, foram coletadas amostras de um ARGILOSO, na profundidade de 0 a 0,2 m, no município Lagoa do Itaenga – PE. As amostras coletadas foram levadas para o laboratório de solos da instituição onde o trabalho fora desenvolvido, colocados para secar ao ar durante aproximadamente sete dias, sendo depois destorroados e tamisados em peneira de malha 2 mm, obtendo-se a terra fina seca ao ar (TFSA). O solo foi umedecido até a capacidade de campo com água deionizada, posteriormente, foram aplicados 0,5 mg de Mo em 50 g do solo, ficando incubado em sacos plásticos por 8 dias. Após incubação, o solo foi novamente preparado conforme descrito anteriormente.

Depois da obtenção da nova TFSA, procedeu-se a extração do Mo disponível, com a agitação de 100 mL de Mehlich-1 com 10 cm⁻³ de solo e 1 g de carvão ativado, por 15 min. Dezesesseis horas depois, o sobrenadante foi filtrado e coletado para determinação do teor de Mo.

O extrato de solo foi submetido a diferentes tempos de reação com os reagentes de trabalho, na presença e ausência de Brij. Foram utilizados cinco tempos de reação (2, 5, 10, 15 e 20 min), na ausência e na presença de Brij, compondo o arranjo fatorial (5 x 2), utilizando-se de quatro repetições.

Os dados foram submetidos a análises de variância. Quando se observaram efeitos significativos, aplicou-se o teste de comparação de médias de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos a partir da leitura das soluções com água deionizada foram independentes da aplicação do Brij, mas diferiram significativamente em função da concentração de Mo na solução (Tabela 1). Apenas as concentrações de 0 a 0,67 mg L⁻¹ e a 1,67 mg L⁻¹ diferiram estatisticamente, sendo os valores de absorvância da solução de 1,0 mg L⁻¹ semelhante aos demais. Assim, pode-se afirmar que a metodologia utilizada apresenta maior sensibilidade para concentrações maiores que 1,0 mg L⁻¹ de Mo; ainda, que em soluções preparadas com água deionizada, dentro do intervalo avaliado, o Brij não apresentou alterações nos valores de absorvância, podendo-se ser desprezado.

No segundo ensaio, com o uso de extrato de solo produzido com Mehlich-1, em todos os tempos de reação, o Brij aumentou os valores de absorvância (Tabela 2). Quando o Brij foi utilizado, os valores de absorvância nos tempos 10, 15 e 20 min foram maiores, quando comparados com os tempos 2 e 5 min.

Quando não se utilizou o Brij, o tempo de reação aumentou os valores de absorvância até 15 min, tendo decrescido com 20 min. Esse resultado permite sugerir que o decréscimo ocorrido no último tempo de reação pode indicar degradação da solução de leitura, ou seja, a desestabilização do composto formado. Desta forma, o Brij atuou como um agente de estabilização da reação.

CONCLUSÕES

O Brij não alterou os valores de absorvância da concentração de Mo em soluções preparadas com água deionizada, podendo ser desprezado.

No extrato do solo, o Brij potencializou os valores de absorvância, tendo contribuído para a estabilidade da reação.

AGRADECIMENTOS

Ao grupo de pesquisa em FERTILIDADE DO SOLO E AGROENERGIA do IFPE – *Campus* Vitória de Santo Antão.

REFERÊNCIAS

BRENNAN, R. F.; BOLLAND, M. D. A. Increased Concentration of Molybdenum in Sown Wheat Seed Decreases Grain Yield Responses to Applied Molybdenum Fertilizer in Naturally Acidic Sandplain Soils. *Journal of Plant Nutrition*, v. 30, n. 12, p. 2005 – 2019, 3 dez. 2007.



CLAESSEN, M. E. (org.). **Manual de métodos de análises de solos**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de solos, 1997. 212p.

FONTES, R. L. F. et al. Determination of Molybdenum in Soil Test Extracts with Potassium Iodide Plus Hydrogen Peroxide Reaction. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 31, n. 15-16, p. 2671-2683, 30 abr. 2013.

OLIVEIRA, A. C. DE. **Interação da adubação nitrogenada e molíbdica em cana-de-açúcar**. [s.l.] Universidade Federal Rural de Pernambuco - Recife, 2012.

SANTOS, M. de J. **Extração e determinação de Mo em três argissolos do nordeste cultivados com cana-de-açúcar**. Recife: UFRPE, 2012. 80 p. Dissertação(Mestrado) – Programa de Pós- Graduação em Ciência do Solo, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2012.

SANTOS, R.L. **Molibdênio no metabolismo e na fixação biológica de nitrogênio em cana-de-açúcar**. Universidade Federal Rural de Pernambuco – Recife. 135p. Tese (Doutorado) - Programa de Pós- Graduação em Ciência do Solo, 2014.

Tabela 1 - Valores de absorvância em espectrofotômetro a 420 nm referentes a diferentes concentrações de Mo

Mo	Absorvância
mg/L	
0,00	0,13 B
0,33	0,14 B
0,67	0,15 B
1,00	0,17 AB
1,67	0,21 A
Média	0,16
Fator	F
Mo	8,66 ^{***}
Brij	0,00 ^{ns}
Mo*Brij	1,26 ^{ns}
CV(%)	17,32

Letras maiúsculas iguais na coluna não diferem pelo teste de Tukey; ^{ns} não significativo; *, **, *** significativos, aos níveis de 5%, 1% e 0,1% de probabilidade, respectivamente.

Tabela 2 - Valores de absorvância em espectrofotômetro a 420 nm em diferentes tempos de reação, na presença e ausência de Brij, com uso de do 0,1 mL de extrato

Tempo	Brij	
	Com	Sem
-----min-----	Absorvância	
2	0,20 Da	0,65 Db
5	0,28 Da	0,92 Cb
10	0,43 Ca	1,54 Bb
15	0,77 Ba	1,93 Ab
20	1,11 Aa	0,73 Db
Média	0,56	1,15
Fator	F	
Tempo	260,55 ^{***}	
Brij	895,01 ^{***}	
Tempo*Brij	196,29 ^{***}	
CV(%)	7,35	

Letras minúsculas iguais na linha e maiúsculas na coluna não diferem pelo teste de Tukey; ns não significativo; *, **, *** significativos, aos níveis de 5%, 1% e 0,1% de probabilidade, respectivamente.