

Implementação de Análise de Nitrogênio Total em Solo pelo Método de Dumas



***Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro Nacional de Pesquisa de Milho e Sorgo
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento***

Documentos 115

Implementação de Análise de Nitrogênio Total em Solo pelo Método de Dumas

Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro

Embrapa Milho e Sorgo
Sete Lagoas, MG
2010

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Milho e Sorgo

Rod. MG 424 Km 45

Caixa Postal 151

CEP 35701-970 Sete Lagoas, MG

Fone: (31) 3027-1100

Fax: (31) 3027-1188

Home page: www.cnpms.embrapa.br

E-mail: sac@cnpms.embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Antônio Carlos de Oliveira

Secretário-Executivo: Elena Charlotte Landau

Membros: Flávio Dessaune Tardin, Eliane Aparecida Gomes, Paulo Afonso Viana, João Herbert Moreira Viana, Guilherme Ferreira Viana e Rosângela Lacerda de Castro

Supervisão editorial: Adriana Noce

Revisão de texto: Antonio Claudio da Silva Barros

Normalização bibliográfica: Rosângela Lacerda de Castro

Tratamento de ilustrações: Tânia Mara Assunção Barbosa

Editoração eletrônica: Tânia Mara Assunção Barbosa

Foto(s) da capa: Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro

1ª edição

1ª impressão (2010): on line

Todos os direitos reservados

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Embrapa Milho e Sorgo**

Ribeiro, Paulo Eduardo Aquino

Implementação de análise de nitrogênio total em solo pelo método de Dumas / Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro – Sete Lagoas : Embrapa Milho e Sorgo, 2010.

26 p. : il. -- (Documentos / Embrapa Milho e Sorgo, ISSN 1518-4277; 115).

1. Análise de laboratório. 2. Nitrogênio. 3. Solo. I. Título.
II. Série.

CDD 542.3 (21. ed.)

© Embrapa 2010

Autor

Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro

Químico, Mestre em Química, Pesquisador da
Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG,
pauloedu@cnpmc.embrapa.br

Sumário

Apresentação	7
Introdução	8
Materiais e Métodos	9
Método Kjeldahl	9
Instrumentação	9
Materiais	10
Reagentes/Soluções	11
Procedimento analítico	11
Método Dumas	13
Instrumentação	13
Materiais	14
Reagentes/Gases	15
Procedimento analítico	15
Testes comparativos.....	17
Resultados e Discussão	25
Agradecimentos	25
Referências	25

Implementação de Análise de Nitrogênio Total em Solo pelo Método de Dumas

Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro

Apresentação

Inúmeros trabalhos comparando técnicas de análise do teor de nitrogênio têm sido publicados, com foco principal em plantas, alimentos e rações. Entretanto, são raros os trabalhos comparando os métodos de Kjeldahl (destilação + titulação) e o método de Dumas (combustão + condutividade térmica) para análises de nitrogênio total em solos. O primeiro método vem sendo usado pela Embrapa desde a sua criação, sendo considerado padrão. Já o segundo vem ganhando espaço no mercado de análises e nos institutos de pesquisa, na medida em que os fabricantes de equipamentos de laboratório têm lançado instrumentos capazes de superar o método padrão em exatidão, precisão e rapidez. Nesse documento, serão apresentados resultados e discussões de testes realizados comparando os dois métodos para análise de nitrogênio total em solos, ambos realizados pela equipe da Embrapa Milho e Sorgo em suas dependências, como forma de justificar, técnica e economicamente, a migração de um método para o outro.

Introdução

A análise de nitrogênio total de solos geralmente é realizada através do método de Kjeldahl, através do qual a amostra é digerida com ácido sulfúrico concentrado sob aquecimento, o que transforma todo o nitrogênio orgânico em íons amônio. Numa etapa subsequente, a solução obtida é alcalinizada com hidróxido de sódio concentrado e a amônia produzida nessa etapa é destilada e captada por uma solução de ácido bórico, que então é titulada com ácido padronizado.

As principais limitações dessa técnica para determinação do teor de nitrogênio total em solo são: demora na digestão das amostras, que necessitam de aquecimento em bloco digestor tipo macrotubo, geralmente com apenas 12 posições por bloco; uso de reagentes perigosos em concentrações elevadas; geração de grandes volumes de resíduos que necessitam de neutralização antes do descarte; possibilidade de vazamentos no sistema de destilação, que resulta em subestimação dos teores de nitrogênio; dificuldade em se determinar conjuntamente todas as formas de nitrogênio que podem estar presentes no solo (nitrato, nitrito, amônio e nitrogênio orgânico – geralmente as duas primeiras são negligenciadas mas, eventualmente, podem corresponder a uma fração significativa do nitrogênio total em solos).

A utilização do método de Dumas, que consiste na oxidação total da amostra na presença de oxigênio em elevadas temperaturas, seguida de redução dos óxidos de nitrogênio e detecção do nitrogênio molecular produzido, vem sendo ampliada gradativamente, tendo em vista diversas vantagens sobre o método Kjeldahl, como a rapidez, a automação, a utilização de reagentes menos perigosos, maior precisão e exatidão e a capacidade de avaliar conjuntamente todas as formas de nitrogênio presentes nas amostras de solos.

Diversos estudos já foram realizados para avaliar e comparar essas duas técnicas na análise de nitrogênio de tecido vegetal (JUNG et al., 2003; SADER et al., 2004; SIMONNE et al., 1997). Entretanto, poucos estudos já foram realizados para aplicar essa técnica à análise de solos.

Nesse documento, são descritos os resultados de estudos feitos com o objetivo de comparar as técnicas de análise de nitrogênio total de solos e aprimorar a análise pelo método de Dumas, atualmente em uso na Embrapa Milho e Sorgo.

Materiais e Métodos

Método Kjeldahl

Instrumentação

- Balança semianalítica marca Gehaka, modelo BG 400
- Bloco digestor, marca Sarge, modelo 15-50, com controlador de temperatura marca Tecnal, modelo TE-007MP
- Titulador automático, marca Radiometer Copenhagen, composto pelos módulos ABU 80, TTT 80, PHM 82 e TTA 80 (Figura 1a)
- Capela de exaustão, marca Vidy
- Destilador de Nitrogênio Kjeldahl, marca Tecnal, modelo TE-036 (Figura 1b)

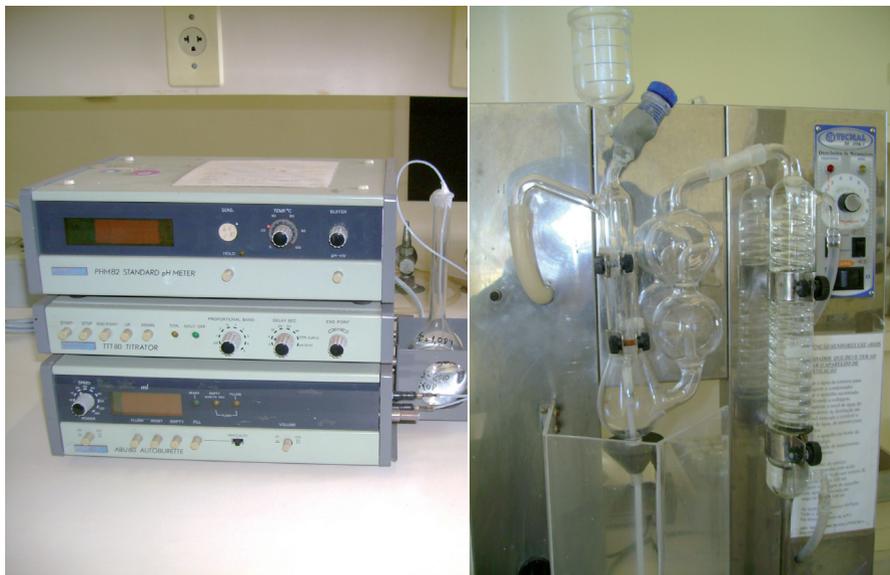


Figura 1. (a) Titulador automático para dosagem de ácido; (b) destilador de nitrogênio para análise de nitrogênio pelo método de Kjeldahl.

Materiais

- Amostra de solo rastreável LECO Part N° 502-308, Lote 1010, contendo 0,233 ($\pm 0,013$)% de nitrogênio (ASR-LECO)
- Amostras de solo com diferentes % de nitrogênio
- Balão volumétrico 100mL
- Barra magnética
- Bastão de vidro
- Bastão magnético
- Béquer de 100mL ou erlenmeyer de 125mL
- Béquer de 30mL
- Espátula

- Macrotubos de digestão de 250 mL
- Pipetas volumétricas de 10 mL e 25mL
- Pisseta
- Suporte para tubos de digestão

Reagentes/Soluções

- Ácido bórico (H_3BO_3) 2% m/v contendo mistura de indicadores 1% v/v
- Ácido clorídrico (HCl) 0,01 mol L⁻¹
- Ácido sulfúrico (H_2SO_4) P.A.
- Água deionizada
- Catalisador: sulfato de potássio (K_2SO_4) + sulfato de cobre pentaidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), 10:1 em massa
- Hidróxido de sódio (NaOH) 50% m/v
- Mistura de indicadores (verde de bromocresol 0,1%, hidróxido de sódio 0,12% e vermelho de metila 0,05%)

Procedimento analítico

- i) Preparar todos os reagentes e soluções necessários para a análise.
- ii) Pesar 350 mg da amostra de solos para tubo de digestão de 250 mL.
- iii) Fazer teste em branco (todas as soluções, exceto a amostra) e amostra-controle com teor de nitrogênio total certificado.
- iv) Ligar bloco digestor em temperatura de 350°C.
- v) Adicionar uma medida de catalisador (aproximadamente 1,0 g).
- vi) Adicionar 15 mL de ácido sulfúrico e agitar para melhor contato

do ácido com a amostra.

- vii) Levar as amostras ao bloco digestor e deixar digerir por aproximadamente 1 hora a 350 °C.
- viii) O tempo de digestão das amostras pode ser maior ou menor que 1 hora. Monitorar a digestão, observando no decorrer da digestão a decomposição da amostra. O final da digestão é indicado pelo aparecimento da cor verde-azulada (algumas amostras apresentam coloração amarelada) ou intensa formação de vapores brancos.
- ix) Após digestão, esfriar e transferir com água deionizada, utilizando uma pisseta e o bastão de vidro, para volume final de 100 mL.
- x) Homogeneizar. Aguardar decantação.
- xi) Tomar uma alíquota de 25 mL e transferir para o tubo de digestão 250 mL.
- xii) Pipetar 10 mL de ácido bórico 2% m/v contendo mistura de indicadores 1% v/v para o béquer de 100 mL ou erlenmeyer de 125 mL.
- xiii) Acoplar o béquer e/ou o erlenmeyer na saída do destilador para receber o destilado.
- xiv) Acoplar o tubo de digestão 250 mL no destilador.
- xv) Adicionar 30 mL de hidróxido de sódio 50% m/v no recipiente apropriado do destilador, proceder o escoamento vagarosamente.
- xvi) Lavar o recipiente e fechar bem.
- xvii) Destilar aproximadamente 60 mL.
- xviii) Proceder a titulação com ácido clorídrico 0,01 mol L⁻¹ e anotar o volume. A viragem é de verde-claro para vinho-claro.

xix) Calcular as concentrações de nitrogênio utilizando a fórmula a seguir:

$$\% \text{ N} = \frac{(V_{Am} - V_{Br}) \times C \times 14,01 \times 100 \%}{1000 \times M}$$

Onde V_{Am} = volume de ácido gasto na titulação da amostra, em mL,

V_{Br} = volume de ácido gasto na titulação da prova em branco, em mL,

C = concentração de ácido clorídrico titulante, em mol L⁻¹,

M = massa de amostra usada, em g.

Método Dumas

Instrumentação

- Analisador de Nitrogênio, marca LECO, modelo FP-528, provido de carrossel-amostrador com 35 posições (Figura 2)
- Balança analítica, marca Ohaus, modelo AR 2140
- Compressor de ar 1,5 HP, marca Schultz, modelo CSA 7.8
- Estabilizador eletrônico de tensão, marca Style, modelo Topázio 220 V
- Instalação de gases em tubos de cobre e reguladores de pressão conforme especificações técnicas do equipamento
- Estufa de Secagem marca Fanem, modelo 315 SE
- Microcomputador Dell Optiplex 755, processador Intel Core 2 Duo 2,66 Hz, RAM de 980 Mb, com os softwares:
 - Microsoft Windows XP Professional versão 2002
 - FP-528 versão 1.31
 - Microsoft Excel 97



Figura 2. LECO FP-528 para análise de nitrogênio total pelo método de Dumas.

Materiais

- Amostra de solo ASR-LECO
- Amostras de solo com diferentes % de nitrogênio
- Cadinho em material refratário
- Folhas de estanho
- Lã de aço
- Lã de quartzo
- Lã de vidro

Reagentes/Gases

- Anidrona A.C.S. (perclorato de magnésio)
- Hélio (He) 99,999 %
- LECOSORB (hidróxido de sódio 20-30 Mesh)
- Limalhas de cobre
- N-Catalist (alumina)
- Oxigênio (O₂) 99,999 %
- Óxido de alumínio em pellets
- Reagente do forno (óxido de cálcio/Kaolin, 1:1 em massa)

Procedimento analítico

- i) Pesar, com precisão, cerca de 250 mg de cada amostra de solo sobre folha de estanho. Embrulhar cada amostra, fazendo uma ponta com o excesso da folha, fechando bem a embalagem.
- ii) Ligar o computador e abrir o software FP-528. Aguardar até que o status do software (canto inferior esquerdo da tela) indique "Idle". O ar comprimido e o equipamento devem estar sempre ligados, a não ser que o equipamento fique muito tempo sem ser utilizado.
- iii) Abrir os registros dos gases He e O₂ e conferir se a pressões de ambos e do ar comprimido estão corretas (em torno de 40 psi). Caso não estejam, ajustar. Ligar os gases no software (teclar F8 ou clicar em F8 - Ligar os gases).
- iv) O forno e o tubo de redução devem estar na temperatura de *stand by*, que é 750 °C para ambos. Aumentar a temperatura apenas do forno para 950 °C (Configuration >> System, digitar 950 em Combustion Furnace Temperature >> OK), pois a temperatura de trabalho do tubo de redução é a mesma do *stand by*, ou seja, 750 °C.

- v) Monitorar a temperatura do forno em Diagnostics >> Ambients, clicar em Combustion Furnace Temperature.

- vi) Após 10 min de estabilização da temperatura do forno, fazer os testes de vazamento dos gases He e O₂ em Diagnostics >> Leak Check. Se houver vazamento, identificar o local e eliminá-lo antes de iniciar as análises.

- vii) Inserir 10 brancos (ou quantos mais forem necessários) para iniciar a rotina de análises. Para registrar o novo valor do branco, é necessário que a concentração de nitrogênio ou a área de integração se reduzam até os níveis do dia anterior e/ou tenham uma ligeira alta após os 10 primeiros brancos, o que significa que o sistema chegou ao menor registro de sinal possível nas condições atuais de trabalho (estabilidade de temperatura, qualidade dos gases, etc.)

- viii) Selecionar os três menores brancos e zerar com o novo valor de sua média (CONFIGURATION >> BLANK >> OK).

- ix) Considerando que o equipamento já está calibrado, fazer uma verificação da calibração, analisando a amostra ASR-LECO, previamente seca em estufa a 105 °C por uma hora. Iniciar as amostras apenas se o resultado da amostra rastreável estiver dentro da faixa estabelecida (± 5 %). Caso contrário, recalibrar o equipamento ou realizar um *drift* da calibração atual.

- x) Inserir , no carrossel-amostrador, as amostras de solo embrulhadas em folhas de estanho, digitando sua numeração na planilha do software e incluindo uma ASR-LECO a cada 35 amostras.

xi) Copiar os resultados, obtidos já em % de nitrogênio, para o Excel.

Testes comparativos

Para avaliar a correlação entre os resultados obtidos pelos dois métodos em questão, foram realizadas em quintuplicata análises de três amostras de solos e em quadruplicata da ASR-LECO.

Devido à limitação da massa nominal da amostra no método de Dumas (massas acima de 250 mg de solos dificultam o fechamento da folha de estanho e a passagem da amostra pela entrada do tubo de combustão), não foi possível pesar a mesma massa entre os dois métodos. Sendo assim, enquanto para o método de Kjeldahl foi utilizada uma massa de 350 mg por amostra, para o método de Dumas foi utilizada massa de 250 mg.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 mostra os resultados obtidos pelos dois métodos, nas condições apresentadas acima.

Tabela 1. Comparação entre os resultados analíticos dos métodos de Kjeldahl e Dumas para determinação de nitrogênio total de solos.

Amostra	Repetição	Teor de Nitrogênio em %	
		KJELDHAL	DUMAS
##111	1	0,152	0,1946
	2	0,132	0,1882
	3	0,148	0,1946
	4	0,148	0,1972
	5	0,152	0,1933
	MEDIA	0,1464A	0,1936a
	DESPAD	0,0083	0,0033
	CV	5,7	1,7
##114	1	0,116	0,1531
	2	0,108	0,1539
	3	0,116	0,1555
	4	0,108	0,1501
	5	0,116	0,1503
	MEDIA	0,1128B	0,1526b
	DESPAD	0,0044	0,0023
	CV	3,9	1,5
##122	1	0,062	0,1170
	2	0,068	0,1100
	3	0,064	0,1051
	4	0,060	0,1126
	5	0,068	0,1149
	MEDIA	0,0644C	0,1119c
	DESPAD	0,0036	0,0046
	CV	5,6	4,1
ASR-LECO	1	0,192	0,2240
	2	0,188	0,2257
	3	0,168	0,2174
	4	0,196	0,2265
	MEDIA	0,1860D	0,2234d
	DESPAD	0,0124	0,0041
	CV	6,7	1,9
	CV MEDIO	5,4	2,3

Onde **MEDIA** = média aritmética das repetições; t-Student: letras diferentes foram utilizadas para amostras diferentes, sendo que maiúsculas e minúsculas entre os métodos indicam diferença significativa ao nível de 0,1 %, **DESPAD** = desvio padrão da média e **CV** = coeficiente de variação ou desvio padrão relativo da média em %; ##: os primeiros algarismos do número de registro das amostras foram mascarados para preservar sua identidade.

Uma primeira situação que se observa ao comparar as médias obtidas para cada amostra entre as duas técnicas é que os valores obtidos pelo método de Dumas são expressivamente maiores do que os obtidos com o de Kjeldahl. Ao aplicar o teste t-Student sobre as médias, verificou-se que para todas as amostras os dois métodos diferem entre si a um nível de significância de 0,1%. Esse comportamento já havia sido relatado anteriormente em estudos de correlação desses dois métodos para análises de plantas, alimentos e rações (JUNG et al., 2003; SADER et al., 2004; SIMONNE et al., 1997).

Considerando o valor determinado no certificado de rastreabilidade da ASR-LECO, de 0,233% de nitrogênio, podemos considerar que a recuperação média do método de Kjeldahl foi de 79,8 %, enquanto a do método de Dumas foi de 95,9 %.

Assumindo que com o método de Dumas obtém-se recuperação bem próxima de 100%, é possível estimar a recuperação do método Kjeldahl para as demais amostras analisadas pela razão Kjeldahl/Dumas. Ao fazer isso, observa-se que existe uma relação entre o teor de nitrogênio da amostra e a taxa de recuperação do método Kjeldahl (Tabela 2).

Tabela 2. Razão entre os teores de nitrogênio encontrados pelo método de Kjeldahl e o método de Dumas.

Amostra	% N Dumas	R e d u ç ã o % N	Razão % N	R e d u ç ã o R e c . K j e l d a h l
			Kjeldahl/Dumas	
LECO	0,2234		83,3	
##111	0,1936		75,6	
##114	0,1526		73,9	
##122	0,1119		57,5	

Para as amostras ##111 e ##114, que possuem teor de nitrogênio entre 0,15 e 0,20%, obteve-se uma recuperação muito próxima, com média de 74,8% pelo método Kjeldahl. Já para a amostra ## 122, que possui um teor mais baixo de nitrogênio, a recuperação estimada foi de apenas 57,5%, muito baixa se comparada com a da ASR-LECO que foi de 83,3%, o que demonstra que o método Kjeldahl conforme descrito nesse documento é bastante limitado quando se analisam amostras com teores baixos de nitrogênio em solos. Uma possível explicação para esse comportamento é que, com menores teores de nitrogênio, as perdas ocorridas na destilação e na recuperação do nitrogênio destilado na forma de amônia passam a ser mais significativas. Uma forma de vencer essa dificuldade seria aumentando a massa de amostra pesada, aumentando, assim, a quantidade nominal de nitrogênio a ser destilada e titulada.

Quanto à precisão dos métodos, uma análise dos coeficientes de variação (CV), também interpretados como desvio padrão relativo da média, sugere que o método Dumas é mais preciso para análise de

solos, com valores variando de 1,5 a 4,1%, enquanto para o método Kjeldahl ele variou de 3,9 a 6,7%. Na média, o CV Dumas (2,3%) foi menor do que a metade do CV Kjeldahl (5,4%). Apesar dessas observações, ao aplicar o teste F ao nível $\alpha = 10\%$, observou-se que não há diferença na homogeneidade dos resultados obtidos pelos dois métodos, comparando cada uma das quatro amostras. Por outro lado, ao aplicar o mesmo teste comparando a variância de amostras extremas analisadas pelo mesmo método (##122, menor % de N e ASR-LECO, maior % de N), observa-se diferença significativa apenas para o método Kjeldahl. Com isso, pode-se afirmar que o método Dumas apresenta melhor linearidade do que Kjeldahl na faixa de trabalho estudada nesse documento, possibilitando análises de amostras com teores menores de nitrogênio com a mesma precisão de amostras com maiores teores de nitrogênio.

Se comparado com o CV de 1,48% obtido por equipamento da LECO similar, conforme nota de aplicação (LECO CORPORATION, 2003), pode-se considerar o CV médio (2,3%) obtido pelo método Dumas no Laboratório da Embrapa Milho e Sorgo bastante razoável, tendo em vista que a massa das amostras e conseqüentemente o valor absoluto de nitrogênio analisado foi muito inferior em nosso experimento do que na referida publicação.

No caso LECO FP-528, equipamento disponível na Embrapa Milho e Sorgo, a massa de 250 mg utilizada nas análises não poderia ser aumentada para melhorar a precisão das análises, pois existe uma limitação de tamanho das “embalagens” preparadas com folha de estanho que carregam as amostras do carrossel-amostrador para o forno do equipamento. Ao contrário, seria até conveniente que essa massa pudesse ser reduzida, evitando assim o rompimento antecipado da folha de estanho, o entupimento do sistema de acesso ao forno e o enchimento excessivo do cadinho que recebe as amostras no forno.

Quanto a essa última questão (enchimento do cadinho), o uso de uma massa de 250 mg de solo torna a análise extremamente dispendiosa, uma vez que a quantidade de material que queima em amostras de solos é muito pequena, por ser uma amostra que possui excesso de sílica, o que promove o enchimento do cadinho com poucas amostras (cerca de 30 amostras por cadinho). Além do elevado custo desse material, o procedimento de troca do cadinho, apesar de simples, interrompe a rotina com muita frequência, o que reduz sensivelmente a produtividade do método.

Por esse motivo, realizou-se um novo experimento, repetindo pelo método Dumas todas as análises realizadas no experimento anterior, porém reduzindo a massa nominal das amostras para 150 mg. Os resultados desse teste são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3. Teste para a redução da massa nominal de amostra utilizada na análise.

Amostra	Repetição	LECO FP-528	LECO FP-528
		massa am = 250 mg	massa am = 150 mg
##111	1	0,1946	0,2037
	2	0,1882	0,1936
	3	0,1946	0,1932
	4	0,1972	0,2095
	5	0,1933	0,1833
	MEDIA	0,1936 ^a	0,1967 ^a
	DESPAD	0,0033	0,0102
	CV	1,7	5,2
##114	1	0,1531	0,1483
	2	0,1539	0,1456
	3	0,1555	0,137
	4	0,1501	0,1307
	5	0,1503	0,1400
	MEDIA	0,1526 ^b	0,1403 ^b
	DESPAD	0,0023	0,0070
	CV	1,5	5,0
##122	1	0,1170	0,1045
	2	0,1100	0,1006
	3	0,1051	0,1041
	4	0,1126	0,1134
	5	0,1149	0,1027
	MEDIA	0,1119 ^c	0,1051 ^c
	DESPAD	0,0046	0,0049
	CV	4,1	4,7
ASR-LECO	1	0,2240	0,2368
	2	0,2257	0,2271
	3	0,2174	0,2295
	4	0,2265	0,2395
	MEDIA	0,2234 ^d	0,2332 ^d
	DESPAD	0,0041	0,0059
	CV	1,9	2,5
	CV MEDIO	2,3	4,3

Ver abreviações e símbolos na Tabela 1.

Como era de se esperar, com a redução da massa de amostra (para 150 mg) e, conseqüentemente, do valor absoluto de nitrogênio analisado em cada amostra, aumentou o coeficiente de variação do método, variando agora de 2,5 a 5,2%, com CV médio de 4,3%. Ao aplicar o teste F, observou-se diferença significativa ao nível de 10% na variância de duas das quatro amostras analisadas.

Por outro lado, não houve perda de exatidão na análise, já que a taxa de recuperação média foi de 100,1% para essa massa de amostra, considerando a amostra ASR-LECO e o teste t-Student não apresentou diferença significativa ao nível de 0,1% entre as médias de teor de nitrogênio das duas massas de cada amostra analisada.

Observa-se um CV bem menor para ASR-LECO em relação às outras amostras, que pode ser explicado, em primeiro lugar, pelo maior teor de nitrogênio dela em relação às demais, conforme já discutido anteriormente. Outra explicação para isso é a maior atenção que é dada ao controle na homogeneidade dessa amostra quando de sua preparação pelo fabricante (LECO). Isso serve de alerta para a importância de um preparo criterioso das amostras, antes das análises propriamente ditas.

Mesmo com esse aumento no CV médio, a precisão da análise ainda pode ser considerada satisfatória nas condições avaliadas, sendo necessários maiores esforços para garantir a homogeneidade das amostras para que se possa utilizar menores massas como rotina na análise.

Conclusões

O método Dumas para análise dos teores de nitrogênio de amostras de solos apresentou maior exatidão (recuperação média: Kjeldahl = 79,8 %; Dumas = 95,9 %) e precisão semelhante ao método Kjeldahl.

É possível trabalhar com massas mais reduzidas de amostras de solos pelo método Dumas (mínimo de 150 mg) sem perdas na qualidade da análise, desde que se garanta uma boa homogeneidade das amostras analisadas, proporcionando mais rapidez e economia de materiais.

Em termos de produtividade, nas condições de trabalho da Embrapa Milho e Sorgo é possível analisar por semana até 60 análises de solos pelo método Kjeldahl, enquanto pelo método Dumas as amostras semanais podem chegar a 500, ambos sendo executados por um único assistente de laboratório.

Agradecimentos

Aos Assistentes Cloves Luziano da Costa e José Eduardo Filho, pela eficiência na realização das análises e revisão dos procedimentos.

Referências

EMBRAPA MILHO E SORGO. **Procedimento Operacional Padrão (POP)**. Processo: Análise de química de solos. Subprocesso: Fertilidade de solos. Atividade: Nitrogênio total. Sete Lagoas, 2003. Revisão n. 4, junho/2003.

JUNG, S.; RICKERT, D. A.; DEAK, N. A.; ALDIN, E. D.; RECKNOR, J.; JOHNSON, L. A.; MURPHY, P. A. Comparison of kjeldahl and dumas methods for determining protein contents of soybean products. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Chicago, v. 80, n. 12, p. 1169-1173, 2003.

LECO CORPORATION. **Organic application note:** nitrogen in soil. St. Joseph, 2003. Disponível em: <http://www.leco.com/resources/application_note_subs/pdf/organic/-005.pdf>. Acesso em: 18 out. 2010

SADER, A. P. O.; OLIVEIRA, S. G.; BERCHIELLI, T. T. Application of kjeldahl and dumas combustion methods for nitrogen analysis. **Archives of Veterinary Science**, Curitiba, v. 9, n. 2, p. 73-79, 2004.

SIMONNE, A. H.; SIMONNE, E. H.; EITENMILLER, R. R.; MILLSC, H. A.; CRESMAN, C. P. Could the dumas method replace the kjeldahl digestion for nitrogen and crude protein determinations in foods? **Journal of the Science of Food and Agriculture**, London, v. 73, p. 39-45, 1997.

Embrapa

Milho e Sorgo

**Ministério da
Agricultura, Pecuária
e Abastecimento**

