

M. A. - E. P. E.

Instituto de Pesquisas e Experimentação Agropecuárias do Norte

(I P E A N)

SÉRIE : QUÍMICA DE SOLOS

**MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA,
QUÍMICA E INSTRUMENTAL
DE SOLOS**

Geraldo de Assis Guimarães

Joaquim Braga Bastos

Edna de Carvalho Lopes

VOLUME 1

NÚMERO 1

ANO 1970

BELÉM - PARÁ - BRASIL

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA

Ministro : LUIZ FERNANDO CIRNE LIMA

ESCRITÓRIO CENTRAL DE PLANEJAMENTO E CONTRÔLE

Diretor : PAULO EBLING RODRIGUES

ESCRITÓRIO DE PESQUISAS E EXPERIMENTAÇÃO

Diretor-Geral : ROBERTO MEIRELLES DE MIRANDA

INSTITUTO DE PESQUISAS E EXPERIMENTAÇÃO AGRO- PECUÁRIAS DO NORTE

DIRETORIA :

Diretor : ALFONSO WISNIEWSKI

Diretor Substituto : ÍTALO CLÁUDIO FALESI

Comissão de Coordenação de Trabalhos de Pesquisas :

Alfonso Wisniewski

Eurico Pinheiro

Virgílio F. Libonati

Natalina Tuma da Ponte

Fernando Carneiro de Albuquerque

Ítalo Cláudio Falesi

Órgãos Administrativos :

Assessoria de Estações Experimentais (AEE);

Setor de Assistência Social (SAS);

Setor de Documentação e Divulgação (SDD);

Setor Técnico Auxiliar (STA), que compreende :

Subsetor de Manutenção (SSAM);

Setor de Administração (SA), que se compõe :

Subsetor de Material (SSMA);

Subsetor de Pessoal (SSP);

Subsetor Financeiro (SSF), que compreende :

Turma de Execução Financeira (TEF);

Turma de Contabilidade (TC);

Biblioteca (BIB)

Subsetores de Administração das Estações Experimentais

Órgãos Técnicos :

Setor de Nutrição e Agrostologia (SNA);

Setor de Reprodução Animal e Inseminação Artificial (SRAIA);

Setor de Criação e Melhoramento (SCM);

Setor de Patologia Animal (SPA);

Setor de Botânica e Fisiologia Vegetal (SBFV);

Setor de Climatologia Agrícola (SCLA);

Setor de Engenharia Rural (SER);

Setor de Estatística Experimental e Análise Econômica (SEEAE);

Setor de Química e Tecnologia (SQT);

Setor de Solos (SS);

Setor de Entomologia e Parasitologia Agrícolas (SEPA);

Setor de Fitopatologia e Virologia (SFV);

Setor de Horticultura (SH);

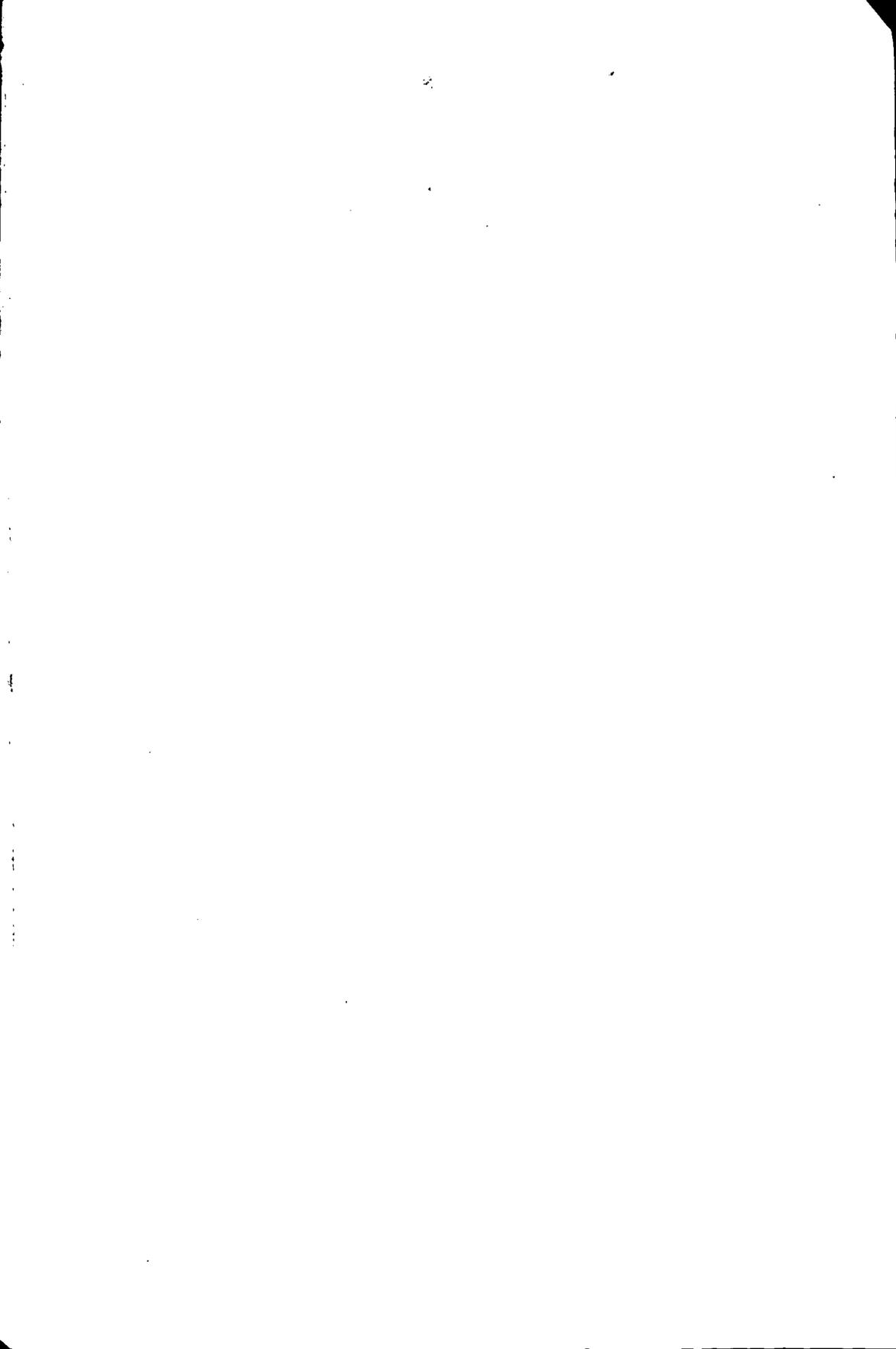
Setor de Fitotecnia (SF);

Setor de Sementes e Mudanças (SSMu)

Estações Experimentais :

Estação Experimental de Pedreiras (MA);

Estação Experimental do Baixo Amazonas — Maicuru — PA.



M. A. - E. P. E.

Instituto de Pesquisas e Experimentação Agropecuárias do Norte
(I P E A N)

SÉRIE : QUÍMICA DE SOLOS

MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA,
QUÍMICA E INSTRUMENTAL
DE SOLOS

Geraldo de Assis Guimarães (*)

Joaquim Braga Bastos (**)

Edna de Carvalho Lopes (***)

(*) — Pesquisador Químico do IPEAN e Professor da ESQUPP.

(**) — Pesquisador Químico do IPEAN.

(***) — Pesquisador Químico da SUDENE à disposição do IPEAN.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA
ESCRITÓRIO DE PESQUISAS E EXPERIMENTAÇÃO
Instituto de Pesquisas e Experimentação Agropecuárias do Norte

PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA
MINISTÉRIO DO INTERIOR
Superintendência do Desenvolvimento da Amazônia

Scanned from original by ISRIC – World Soil Information, as ICSU World Data Centre for Soils. The purpose is to make a safe depository for endangered documents and to make the accrued information available for consultation, following Fair Use Guidelines. Every effort is taken to respect Copyright of the materials within the archives where the identification of the Copyright holder is clear and, where feasible, to contact the originators. For questions please contact soil.isric@wur.nl indicating the item reference number concerned.

Convênio Pesquisas Pedológicas

SUPERINTENDENTE DA SUDAM
GAL. ERNESTO BANDEIRA COELHO

DIRETOR DO IPEAN
ALFONSO WISNIEWSKI

Este trabalho foi executado graças ao suporte financeiro oriundo de convênios que o Instituto de Pesquisas e Experimentação Agropecuárias do Norte — IPEAN mantém com a Superintendência do Desenvolvimento da Amazônia — SUDAM, possibilitando a divulgação de técnicas e resultados de pesquisas, que visam sobretudo a resolução de problemas básicos da agricultura amazônica.

S U M Á R I O

1. INTRODUÇÃO
2. AMOSTRAGEM DE SOLOS
 - 2.1. Planos de amostragem
 - 2.2. Fontes de erro na amostragem
 - 2.3. Sub-amostragem
 - 2.4. Amostragem em trabalhos de fertilidade dos solos
 - 2.5. Amostragem em levantamento pedológico
3. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS
 - 3.1. Amostra seca ao ar
 - 3.2. Determinação de Calhaus e Cascalho
4. ANÁLISE DAS AMOSTRAS
5. ANÁLISE FÍSICA
 - 5.1. Determinação do fator de correção
 - 5.2. Análise Granulométrica
 - 5.2.1. Método da Pipeta
 - 5.2.1.1. Teoria
 - 5.2.1.2. Método analítico
 - 5.2.1.3. Processamento
6. ANÁLISE QUÍMICA
 - 6.1. Carbono Orgânico
 - 6.1.1. Método analítico
 - 6.1.1.1. Teoria
 - 6.1.1.2. Processamento
 - 6.1.1.3. Cálculos
 - 6.1.1.4. Preparação das soluções
 - 6.2. Nitrogênio Orgânico e Amoniacal
 - 6.2.1. Método analítico
 - 6.2.1.1. Teoria
 - 6.2.1.2. Processamento
 - 6.2.1.3. Cálculos
 - 6.2.1.4. Preparação das soluções

- 6.3. **Hidrogênio e Alumínio Permutáveis**
- 6.3.1. Método analítico
- 6.3.1.1. Teoria
- 6.3.1.2. Processamento
- 6.3.1.2.1. **Hidrogênio e Alumínio Permutáveis**
- 6.3.1.2.2. **Alumínio Trocável**
- 6.3.1.3. Cálculos
- 6.3.1.4. Preparação de soluções
- 6.4. **Sesquióxidos de Ferro e Alumínio do complexo de laterização do solo**
- 6.4.1. Método analítico
- 6.4.1.1. Teoria
- 6.4.1.2. **Determinação de Al_2O_3**
- 6.4.1.2.1. Teoria
- 6.4.1.2.2. Processamento
- 6.4.1.2.3. Cálculos
- 6.4.1.2.4. Preparação de soluções
- 6.4.1.3. **Determinação de Fe_2O_3**
- 6.4.1.3.1. Teoria
- 6.4.1.3.2. Processamento
- 6.4.1.3.3. Cálculos
- 6.4.1.3.4. Preparação de soluções
- 6.5. **Cálcio e Magnésio Permutáveis**
- 6.5.1. Método analítico
- 6.5.1.1. Teoria
- 6.5.1.2. Processamento
- 6.5.1.3. Cálculos
- 6.5.1.4. Preparação de soluções
- 7. **ANÁLISE QUÍMICA INSTRUMENTAL**
- 7.1. **POTENCIOMETRIA**
- 7.1.1. Determinação do pH
- 7.1.1.1. Teoria
- 7.1.1.1.1. **pH e acidez dos solos**
- 7.1.1.1.2. Método analítico
- 7.1.1.1.2.1. Teoria
- 7.1.1.1.2.2. Processamento
- 7.2. **FOTOMETRIA DE CHAMA**
- 7.2.1. **Sódio e Potássio Trocáveis**
- 7.2.1.1. Método analítico

- 7.2.1.1.1. Processamento
- 7.2.1.1.2. Cálculos
- 7.2.1.1.3. Preparação de soluções
- 7.3. **ESPECTROFOTOMETRIA**
- 7.3.1. **DE ABSORÇÃO : COLORIMETRIA**
- 7.3.1.1. **Fósforo Total e Assimilável**
- 7.3.1.1.1. Método analítico (Fósforo Total)
- 7.3.1.1.1.1. Teoria
- 7.3.1.1.1.2. Processamento
- 7.3.1.1.1.3. Cálculos
- 7.3.1.1.1.4. Preparação de reagentes
- 7.3.1.2. Método analítico (Fósforo Assimilável)
- 7.3.1.2.1. Teoria
- 7.3.1.2.2. Processamento
- 7.3.1.2.3. Cálculos
- 7.3.1.2.4. Preparação de soluções
- 7.3.2. **Dióxido de Silício do Complexo**
- 7.3.2.1. **de Laterização dos Solos**
- 7.3.2.1.1. Método analítico
- 7.3.2.1.1.1. Teoria
- 7.3.2.1.1.2. Processamento
- 7.3.2.1.1.3. Cálculos
- 7.3.2.1.1.4. Preparação de soluções
- 8. **INDICES E UNIDADES EMPREGADAS**
- 8.1. Índice de meteorização
- 8.1.1. Índice Ki
- 8.1.2. Índice Kr
- 8.2. Soma de Bases Trocáveis (S)
- 8.3. Capacidade Total de Troca de Cations (T)
- 8.4. Saturação Porcentual de Bases (V)
- 8.5. Relação Carbono Nitrogênio (C/N)
- 8.6. Unidades
- 8.6.1. Equivalente Químico
- 8.6.2. Porcentagem
- 8.6.3. Miligramas por cem gramas
- 8.6.4. Partes por milhão (ppm)
- 9. — AGRADECIMENTOS
- 10. — BIBLIOGRAFIA
- 11. — ANEXOS

CDD — 631.42

CDU — 631.42

MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA, QUÍMICA E INSTRUMENTAL DE SOLOS

GERALDO DE ASSIS GUIMARÃES
Pesquisador Químico do IPEAN
e Professor da ESQUFP.

JOAQUIM BRAGA BASTOS
Pesquisador Químico do IPEAN

EDNA DE CARVALHO LOPES
Pesquisador Químico da SUDENE
à disposição do IPEAN

S I N O P S E

O presente trabalho consta principalmente dos métodos analíticos empregados na análise dos solos da Amazônia.

São apresentados de forma didática — com interesse dirigido àqueles que militam nas ciências química e agrônômica — os fundamentos teóricos e processamentos práticos dos métodos analíticos, particularmente os de análise química instrumental.

Especial ênfase foi dispensada ao capítulo da amostragem, destacando a importância da mesma no estudo e avaliação das propriedades físicas e químicas dos solos.

1. INTRODUÇÃO

O IPEAN há alguns anos vem desenvolvendo intensas atividades através do Setor de Solos, no que concerne à análise de amostras de solos, como parte integrante dos estudos pedológicos e edafológicos realizados.

Ainda hoje, é o IPEAN o único órgão federal na Região Amazônica que possui laboratório especializado em análise de solos, sendo por isso mesmo bastante significativo o número de amostras encaminhadas para análise respectiva.

Frequentemente, os laboratórios do Setor de Solos são visitados por estudantes universitários e técnicos, surgindo quase sempre a solicitação por parte dos mesmos, de explicações minuciosas dos fundamentos teóricos e detalhes acerca dos métodos analíticos empregados, razão porque os autores decidiram redigir o presente trabalho.

No seu conteúdo, a publicação inclui considerações teóricas extraídas de bibliografias especializadas, e, como base dos métodos analíticos utilizados no IPEAN, foram adotados aqueles padronizados pelo Laboratório de Análise da Divisão de Pedologia e Fertilidade do Solo, do Ministério da Agricultura no Rio de Janeiro.

Considera-se como de grande importância para o melhoramento da presente publicação, a contribuição daqueles que se interessam por este ramo da Química Analítica, visando corrigir possíveis erros ou aclarar dúvidas involuntariamente contidas neste trabalho.

2. AMOSTRAGEM DE SOLOS

Representa uma das fases mais importantes dos estudos pedológicos e edafológicos.

Como em todo ramo do conhecimento humano, onde se torna necessário criar uma idéia representativa de uma população, a amostragem constitui fator vital para a aquisição de informações sobre a natureza dessa população.

Em trabalhos de pesquisa, deve-se dispensar a maior atenção no estabelecimento da amostragem de uma população.

Quanto a trabalhos de pesquisa sobre solos, ainda hoje, dispõe-se de escassos elementos para o estabelecimento de normas específicas relativas à adoção de um sistema de amostragem padrão. Assim é que, no presente trabalho, são criadas diversas situações que poderão auxiliar na escolha do tipo de amostragem a ser adotado.

Um teor de um dado elemento, obtido através da análise química de um solo, define especificamente uma característica de uma sub-amostra pequena.

Porém, no caso da definição precisa de determinada característica de um solo, o teor de um elemento só será estatisticamente válido se tiverem sido satisfeitas as seguintes condições :

- 1) A amostra bruta represente bem o solo da qual foi coletada.
- 2) Nenhuma mudança tenha ocorrido na amostra, antes da análise, de modo a influir no resultado final.
- 3) A sub-amostra analisada represente bem a amostra bruta.
- 4) A análise forneça o valor mais verossímil da característica a ser determinada.

É importante destacar que, volumes de solo e não áreas, são amostrados. Cada volume do qual uma amostra é retirada, pode ser considerada uma população composta de partículas primárias, que variam entre si, tanto vertical como horizontalmente. É muito conveniente considerar como **unidade de amostragem**, um grupo de partículas primárias similares como um "core" ou fatia de dimensões determinadas.

As unidades de amostragem também variam, tanto no sentido horizontal como vertical, e, na amostragem, devem ser encaradas como individuais.

De um modo geral, pode-se afirmar que uma amostra consiste de todas as unidades de amostragens coletadas com a finalidade de representar uma população de solo simples.

Se tôdas as unidades de amostragem de um solo puderem ser avaliadas, cada característica de uma população de solo pode ser definida em têrmos de um grupo de números estáveis denominadas **parâmetros**, como uma média, amplitude total de variação e desvio padrão.

Parâmetros de uma população de solo, não podem ser determinados — através da estatística — por um grupo similar de números, para a população de uma amostra que representa o todo.

A precisão com que uma amostra de solo representa a população amostrada, depende sobretudo da variabilidade do solo, do número de unidades de amostragem contribuintes, e ainda mais, do modo pelo qual a amostra foi delineada.

A variabilidade da população e o êrro da amostra podem ser estimados se, no mínimo, duas unidades de amostragem forem extraídas e avaliadas separadamente.

Um dos métodos mais efetivos para aumentar a precisão da amostragem, é o da sub-divisão de populações heterogêneas de um todo, pois fornecem informação mais precisa, que uma amostra grande simples.

Em se tratando de solos, o conceito convencional de homogeneidade deve ser condicionado à variação tri-dimensional dos solos. Este conceito deve ser aplicado a volumes de amostragem.

Por razões óbvias, sômente uma sub-divisão orientada, vertical e horizontalmente, é significativa.

Unidades de amostragem contribuintes de uma dada amostra, devem ser limitadas verticalmente, para um horizonte ou parte de um horizonte, que não varie significativamente — acorde o objetivo da pesquisa — com a profundidade.

Essas unidades devem também ser limitadas horizontalmente a uma área, que pode ser tratada como unidade face o objetivo do estudo respectivo.

Um horizonte de um tipo de solo, dentro de uma certa área, é um exemplo de volume de amostragem "homogêneo", com respeito a certas características fâcilmente observáveis.

Se uma das amostras ultrapassar êsses limites, vertical ou horizontalmente, a precisão da avaliação destas características pode diminuir, ao lado do aumento concomitante do tamanho da amostra.

2.1. Planos de amostragem

É importante recordar, quando uma amostra fôr extraída de uma população, que esta é composta de um determinado número de unidades separadas, unidades essas que podem ser o número de "spades loads" os quais compreendem a área em estudo.

O plano de amostragem deverá estabelecer que unidades da população devem ser incluídas na amostra.

Existem vários planos de amostragens que podem ser usados, sendo alguns mais precisos que outros. O importante é adotar aquêle que forneça uma precisão específica a um custo reduzido.

Assim é que, de acôrdo com os objetivos da pesquisa, a amostra pode ser extraída da população como: amostra simples ao acaso, amostra estratificada ao acaso e amostra sistemática.

2.2. Fontes de êrro na amostragem

Em amostragem de solos, os êrros existentes situam-se de um modo geral em três tipos: êrros de amostragem, êrros de seleção e êrros de medida.

O êrro de amostragem: é aquêle proveniente do fato de que a amostra inclui sòmente as unidades de amostragem inteiras.

É causado pela variação inerente entre as unidades da população e só pode ser eliminado pela inclusão total da amostra.

O êrro de seleção: Provém de tendência a selecionar algumas unidades da população com uma maior ou menor probabilidade do que a desejada, como por exemplo, a eliminação de locais rochosos ou o nú.

mero excessivo de sub-amostras nas bordas de um campo.

O erro de medida : É o erro causado pela falha da medida observada no verdadeiro valor da unidade. Nêsse caso, incluem-se tanto os erros de medida ao acaso, os quais tendem a desaparecer com o aumento do tamanho da amostra, como as influências que são independentes da extensão dessa mesma amostra.

2.3. Sub-amostragem

É utilizada frequentemente em muitos trabalhos de pesquisa sôbre solos.

Com o uso desta técnica, a unidade de amostragem previamente relacionada por algum dos métodos já descritos, é dividida em um determinado número de elementos menores.

Uma das vantagens importantes da sub-amostragem é o fato de que ela permite a avaliação de algumas características da unidade maior de amostragem, sem a necessidade de medir a unidade inteira, o que reduz consideravelmente o custo da investigação.

No entanto, ao mesmo tempo, esta técnica geralmente diminui a precisão da avaliação de uma característica. Assim é que, o uso eficiente da sub-amostragem deve ser subordinado a um balanço consciente e honesto, entre o custo e a precisão do trabalho.

2.4. Amostragem em trabalhos de fertilidade dos solos

Compreendem quase que exclusivamente a sub-divisão horizontal dos volumes do solo, dentro de um custo mínimo e menor tamanho possível da área significativa.

Assim, se obtêm áreas de amostragens que são homogêneas com respeito ao tipo de solo, crescimento das plantas e tratamentos.

No entanto, é importante destacar que, se a área é extensa e aparentemente uniforme com respeito aos fatores

acima mencionados, ela pode ser ao mesmo tempo heterogênea em relação às características químicas a avaliar.

Praticamente, em experimentos de campo, a subdivisão mínima pode ser, em bloco ou parcela, e nos casos de "Soil Testing" pode ser a área mínima que um fazendeiro pode manejar como uma unidade.

Como exemplo de recomendações de coleta de amostras citamos aquelas adotadas pelo Serviço Nacional de Análises Rápidas de Solo.

- 1) Dividir a propriedade em áreas uniformes de até 10 hectares, para a retirada de amostras. Cada uma dessas áreas deverá ser uniforme quanto à cor, topografia, textura e quanto à adubação e calagem que recebeu. Áreas pequenas, diferentes da circunvizinha, não deverão ser amostradas juntas.
- 2) Cada uma das áreas escolhidas deverá ser percorrida em zigue-zague, retirando-se com um trado, amostras de 15 a 20 pontos diferentes, que deverão ser colocadas juntas, em um balde limpo. Na falta de trado poderá ser usado um tubo ou uma pá. Todas as amostras individuais de uma mesma área uniforme deverão ser muito bem misturadas dentro do balde, retirando-se uma amostra final em quantidade aproximada de 500 g.
- 3) As amostras deverão ser retiradas da camada superficial do solo, até a profundidade de 20 cm, tendo-se antes o cuidado de limpar a superfície dos locais escolhidos, removendo as folhas e outros detritos.
- 4) Não retirar amostras de locais próximos a residências, galpões, estradas, formigueiros, depósitos de adubos, etc. Não retirar amostras quando o terreno estiver encharcado.

2.5. Amostragem em levantamento pedológico

Neste caso, de acordo com o nível de classificação, em que se pretende conduzir o trabalho, a amostragem faz-se com subdivisão vertical.

Horizontes de um mesmo tipo de solo representam populações diferentes, tanto sob o ponto de vista químico como físico, e são unidades lógicas de sub-divisão vertical.

Homogeneidade física observada verticalmente não assegura homogeneidade química.

Assim é que, tratando-se da avaliação de características químicas de perfis modais de um tipo de solo, com a coleta de sub-amostras pequenas, deve-se proceder a uma seleção das mesmas. Neste caso, no mínimo um perfil modal pode ser selecionado junto com outros perfis independentes a fim de ser estabelecida a variação entre êles.

No IPEAN utiliza-se a seguinte técnica de coleta de sub-amostras :

1. Selecionar o local de abertura do perfil, e marcar uma área de 1,80 m x 1,20 m.
2. Escavar até uma profundidade de 2,00 m.
3. Depois da descrição dos caracteres morfológicos e limite dos horizontes, coletar no lado da trincheira que estiver de frente para o sol, uma fatia de solo da parte central mais representativa de cada horizonte.
Desta maneira procura-se eliminar as zonas de transição inferior e superior dos horizontes adjacentes.
4. Colocar a amostra em um saco de pano, e anotar numa etiqueta os seguintes dados :
 - Local
 - Número do perfil
 - Profundidade
 - Data de coleta
 - Designação preliminar do solo, e, em casos especiais, observações complementares.
5. Enviar para o laboratório de análises.
6. Após o recebimento no laboratório, protocolar cada amostra, não esquecendo de transcrever no livro de protocolo, tôdas as informações contidas na etiqueta.
7. Enviar a amostra para o setor de preparação das amostras.

3. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

3.1. Amostra seca ao ar

A amostra já protocolada é submetida ao seguinte tratamento :

- colocar a amostra (quantidade pouco superior a 2 kg), em tabuleiro de madeira com as dimensões de 40 x 60 cm, previamente tarado ($\pm 0,02$ kg).
- deixar em repouso, em lugar seco e ventilado, até ser considerado pelo preparador de amostra, como seca ao ar.
- retirar $2 \pm 0,02$ kg de terra seca ao ar.
- desfazer os grumos com rôlo de madeira, tendo o cuidado de evitar a quebra de pedras.
- peneirar o material através de peneira, de malha com furos circulares de 2 mm de diâmetro.
- separar o material peneirado (TFSA), para ser enviado uma parte ao laboratório e a outra ao estoque de amostras.

3.2. Determinação de Calhaus e Cascalho

A fração retirada pela peneira, deve ser seca e pesada. Determinar o peso das pedras com diâmetro maior que 20 mm, e daquelas compreendidas entre 20 mm e 2 mm.

Teôr de Calhaus (> 20 mm)

$$\% \text{ calhaus} = P_c \times 50$$

Teôr de Cascalho (20 mm — 2 mm)

$$\% \text{ Cascalho} = P_{ca} \times 50$$

Teôr de Terra Fina Seca ao Ar (< 2 mm)

$$\% \text{ TFSA} = 100 - (\% \text{ de calhaus} + \% \text{ de cascalho})$$

4. ANÁLISE DAS AMOSTRAS

É efetuada através do emprêgo de métodos de análise física, química e instrumental.

5. ANÁLISE FÍSICA

5.1. Determinação do fatôr de correção

Este fatôr é utilizado para referir os resultados das análises a Terra Fina Sêca em Estufa (TFSE).

É determinado pelo seguinte procedimento :

- pesar $10 \pm 0,001$ g de TFSA e transferir para um cadinho de porcelana, fôrma baixa, prèviamente tarado.
- deixar durante 24 horas em estufa regulada entre 100°C e 105°C .
- retirar da estufa, colocar em dessecador durante 1 hora e determinar o pêsso da TFSE.

O cálculo do fatôr é feito através da seguinte fórmula :

$$f = \frac{\text{pêsso da TFSA}}{\text{pêsso da TFSE}}$$

5.2. Análise Granulométrica

Fornece a composição granulométrica da TFSA. As partículas componentes do solo possuem composição e estrutura diferentes e diferem geralmente entre sí, em diâmetro e forma. Podem ser de natureza orgânica e inorgânica.

O diâmetro de cada partícula é um parâmetro, que tem a dimensão do comprimento da mesma, e é definido por um ou diversos critérios estabelecidos arbitrariamente como : a largura da menor abertura quadrada por onde pode atravessar, o diâmetro da menor abertura circular através da qual a partícula pode passar; o diâmetro de um círculo que tem uma área igual a área máxima projetada da partícula; o diâmetro de uma esfera cujo volume é igual ao da partícula;

o diâmetro de uma esfera cuja densidade e velocidade de sedimentação — em um determinado fluido — são iguais às da partícula.

É óbvio que, todos estes critérios, são válidos para partículas, porém não podem ser rigorosamente relacionados às partículas anisométricas que são frequentemente encontradas no solo. Por isso, é que os resultados analíticos obtidos neste tipo de análise, devem sempre ser citados com a identificação do método usado.

Existem dois métodos principais de análise mecânica de solo: método da pipeta e método de hidrômetro. O primeiro método apresenta maior precisão que o hidrômetro, porém, este é válido para muitos objetivos.

5.2.1. Método internacional modificado da pipeta

5.2.1.1. Teoria

É baseado no fato de que todas as partículas possuem velocidade de sedimentação superior àquela de fração procurada, a qual sedimentará antes do ponto de retirada, depois de um determinado tempo.

O tempo e a profundidade da retirada da alíquota são calculados pela Lei de Stokes.

Assim, este método depende diretamente da fração eliminada pela sedimentação numa profundidade h em tempo t , tendo todas as partículas, velocidade de sedimentação maior que h/t , sendo que na mesma profundidade, pode ser retirada alíquota com concentração original de partículas que possuem velocidade maior que h/t .

A tomada de uma alíquota de pequeno volume, por meio de uma pipeta, em profundidade h e num tempo t fornece uma amostra da qual todas as partículas maiores que x (tamanho determinado pela equação de Stokes), foram eliminadas:

$$x = \frac{\theta}{(t)^{1/2}} \quad \text{sendo } \theta = 100 \left[\frac{30 \eta h}{g(\rho_s - \rho_l)} \right]^{1/2}$$

- θ --- Parâmetro de sedimentação
- h --- Profundidade
- ρ_s --- Densidade da partícula
- ρ_l --- Densidade da solução dispersora
- η --- Viscosidade da água
- t --- Tempo de sedimentação
- g --- Aceleração da gravidade.

A relação entre o diâmetro da partícula esférica e respectiva velocidade de sedimentação, fornece uma medida arbitrária dos diâmetros das partículas não-esféricas.

Então, a separação da fração argila ($< 0,002$ mm) por sedimentação, pode ser efetuada através de homogeneização de uma suspensão do solo, e decantação prévia de tôdas as partículas que permanecem acima do plano $z = - h$ depois de um tempo t .

5.2.1.2. Método analítico

Dispersão do Solo

É efetuada com a finalidade de separar as partículas componentes do solo, dentro dos seguintes limites granulométricos, previamente estabelecidos :

partícula	Diâmetro das partículas (mm)		
Areia Grossa (AG)	2	a	0,2
Areia Fina (AF)	0,2	a	0,05
Silte (Sil)	0,05	a	0,002
Argila (Arg.)		<	0,002

A fim de efetuar uma dispersão satisfatória são utilizadas soluções alcalinas, de concentrações diversas.

Para os solos da Amazônia, normalmente é utilizada solução de NaOH N (com fatôr devidamente ajustado) :

Anteriormente, usou-se o Hexametáfosfato de Sódio, no entanto foi substituído, devido maior disponibilidade local de NaOH. Às vezes ocorrem problemas na dispersão, devido à interferência de teores elevados de sais solúveis, sulfato de cálcio, carbonato de cálcio e matéria orgânica.

A eliminação da matéria orgânica é efetuada, por tratamento do solo com peróxido de hidrogênio, e o gesso removido por filtração e lavagem com água suficiente para dissolvê-lo.

Como medida auxiliar de rotina, utiliza-se no Laboratório da Seção de Solos, o procedimento recomendado por Luiz Bezerra de Oliveira (IPEANE) e que consiste no seguinte :

<i>Propriedades de amostra</i>	<i>Tratamento</i>
Solos Normais	Dispersão com Na OH ou HEXA
Teor elevado de sais solúveis, com teor baixo de CaCO ₃ .	Tratamento prévio com HCl eliminação dos sais com C ₂ H ₅ OH a 60% ou água destilada e dispersão da amostra com Na OH ou Hexametáfosfato de sódio (HEXA).
Teor baixo de sais solúveis (independente do teor de CaCO ₃).	Tratamento prévio com HCl e dispersão com Na OH ou HEXA.

5.2.1.3. — Processamento

- Pesar 20 g de TFSA e transferir para um bequer de 600 ml, juntar 250 ml de água e 10 ml de solução de Na OH N.
- Deixar em contato por uma noite.
- Transferir para um copo metálico especial e agitar, durante 15 minutos com coqueteleira Walita ou equivalente.

- Passar tôda a amostra de peneira (malha 270 — abertura 0,053 mm) para um cilindro de Koettinge.
- Lavar com volume de água suficiente para retirar tôda a argila.
- Completar o volume do cilindro, com água destilada, até o traço correspondente a 1000 ml.
- Agitar para homogeneizar a suspensão contida no cilindro e deixar em repouso para sedimentação, anotando a hora do início da mesma.
- Registrar a temperatura da suspensão, a fim de determinar o tempo de sedimentação.
- Retirar 25 ml da suspensão através da torneira superior (5 cm de profundidade a partir da marca dos 1000 ml), e transferir para um cadinho de porcelana prèviamente tarado.
- Colocar o cadinho numa estufa a 105°C, até secura completa.
- Resfriar num dessecador e pesar. Anotar o pêso (P).

$$\begin{array}{l} \% \text{ Argila} \\ \text{Total} = 200 \quad \left[(\text{Pêso cad+arg} - \text{Pêso cad}) - 0,013 \right] \\ (\text{AT}) \end{array}$$

- O material retido na peneira de malha 270, e que constitui as areias fina e grossa, depois de lavado é transferido para um cadinho de porcelana prèviamente tarado.
- Secar em estufa, à temperatura de 105° C, até secura completa.

$$\% \text{ areias} = 5 \left[(\text{Pêso cad} + \text{areias}) - \text{Pêso cad} \right]$$

- Transferir as areias para uma peneira de malha 70 (abertura 0,2 mm) e depois passar por outra de malha 270 e agitar a fim de desmembrar o material em duas frações.

A parte retida na 1ª peneira é denominada areia grossa (AG) e o que fica na segunda peneira, areia fina (AF). Recolher esta última fração e pesar anotando o peso :

$$\% \text{ AF} = 5 \left[(\text{Peso cad} + \text{AF}) - \text{Peso cad.} \right]$$

$$\% \text{ AG} = \% \text{ areias} - \% \text{ AF}$$

$$\% \text{ Silte} = 100 - (\% \text{ AT} + \% \text{ AG} + \% \text{ AF})$$

Para determinar o teor de argila natural, utilizar o mesmo processo acima descrito com as seguintes modificações :

- a) Efetuar a dispersão com água destilada.
- b) Calcular usando a seguinte expressão :

$$\% \text{ Argila Natural} = 200 \left[(\text{Peso cad} + \text{arg}) - \text{Peso cad.} \right]$$

6. ANALISE QUÍMICA

6.1. Carbono Orgânico

O carbono orgânico é o principal componente da matéria orgânica do solo.

Desde a antiguidade que se atribui a descoberta da existência de uma fração orgânica no solo. Porisso mesmo, durante todo o processo histórico de desenvolvimento da ciência do solo, tem sido dedicado tempo exaustivo em pesquisas sobre a gênese e propriedades da matéria orgânica do solo.

Apesar de todo êste esforço, traduzido pelos numerosos trabalhos de pesquisas existentes, pode-se sem receio afirmar que, os conhecimentos atuais sobre a matéria orgânica do solo, ainda são insuficientes. No entanto, pesquisas conti-

nuam a ser dedicadas no sentido de obter dados informativos sôbre este principal componente do solo.

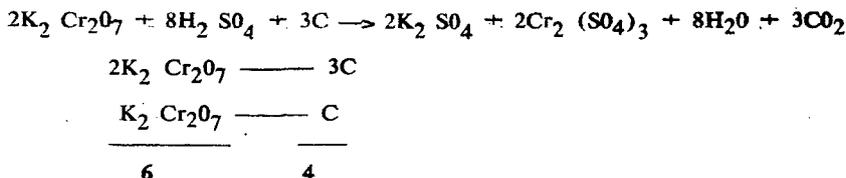
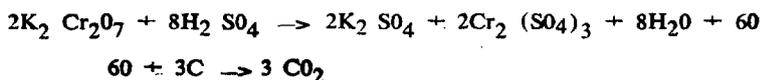
Sabe-se que a fração orgânica têm um efeito acentuado sôbre a estrutura dos solos. Dependem também da matéria orgânica a absorção e retenção de água pelo solo, e teor de bases trocáveis, nitrogênio, fósforo e alguns dos elementos menores, indispensáveis ao crescimento das plantas.

6.1.1. Método Analítico

O método empregado no Laboratório da Seção de Solos do IPEAN e padronizado pelo Laboratório do DPFSS é o método de Tiurin, que foi discutido no III Congresso Internacional da Ciência do Solo.

6.1.1.1. Teoria

O método baseia-se na ação oxidante do dicromato de potássio, em meio ácido, sôbre a fração denominada carbono orgânico do solo. Esta reação é realizada a quente, e em presença de catalisador positivo sulfato de prata. A atuação principal de $K_2Cr_2O_7$ pode ser descrita quimicamente, pela reação :



O sulfato de prata possui ação dupla, a de catalisador positivo e prevenir a interferência dos clorêtos porventura existentes na amostra :



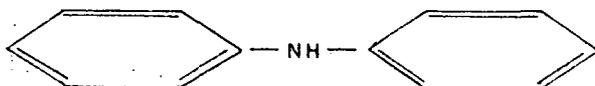
a precipitação do clorêto de prata, elimina a presença do ion clorêto que poderia ser oxidado pelo $K_2Cr_2O_7$ nas condições de acidez reinantes, causando um êrro na análise.

A amostra geralmente libera o ion Fe^{+++} , em solução, o qual provoca o aparecimento de coloração amarela, dificultando a detecção do ponto final da titulação. Para eliminar êste inconveniente adiciona-se ácido orto-fosfórico, o qual forma através do ion PO_4^{---} um complexo incolor com o ferro trivalente :

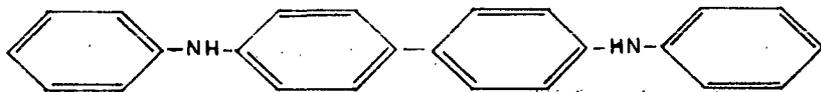
$2 PO_4^{---} + Fe^{+++} \longrightarrow [Fe (PO_4)_2]^{---}$
o ácido fosfórico faz baixar o potencial de oxidação do sistema férrico-ferroso ao complexar os ions férricos.

O indicador difenilamina muda de coloração dentro dos limites de alteração do potencial na curva de titulação.

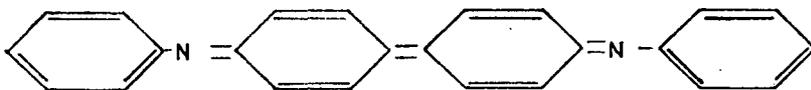
A mudança de côr da difenilamina deve-se a uma mudança na estrutura molecular. Assim a difenilamina :



oxida-se a difenilbenzidina :



e finalmente transforma-se por oxidação a violeta de difenilbenzidina :



6.1.1.2. Processamento

- Pesar $0,5 \pm 0,001$ g de TFSA e transferir para um Erlenmeyer de 250 — 300 ml.
- Juntar 10 ml de dicromato de potássio 0,4 N e uma pitada (aproximadamente 20 mg) de sulfato de prata em pó.

- Colocar em chapa aquecedora elétrica. Introduzir dentro do frasco um tubo de ensaio cheio de água e que atua como condensador.
- Aquecer até fervura branda, mantendo êsse aquecimento durante 5 minutos.
- Resfriar, juntar 80 ml de água destilada, 5,0 ml de $H_3 PO_4$ 1:1 e 5 gotas de solução do indicador difenilamina.
- Titular com solução 0,1 N de sulfato ferroso amoniacal (c/ fator calculado), até que a côr azul da soiução mude para verde neto.
- Anotar o volume gasto (V).

6.1.1.3. Cálculos

A expressão para o cálculo do C Orgânico com teôr suficiente para consumir os 10 ml de dicromato, é a seguinte :

$$\% C = 0,06 (40 - V) \times f$$

quando a amostra possuir teôr mais elevado de C Orgânico, pipetar 20, 30, 40 ou 50 ml de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N, e após 5 minutos de fervura, diluir respectivamente a 100, 150, 200 e 250 ml, de modo a ser retirado sempre uma alíquota de 50 ml da solução original. Logo após adicionar 50 ml de água destilada. Age-se dêste modo, afim de proceder-se a titulação por retôrno, numa alíquota correspondente a 10 ml de dicromato de potássio 0,4.N. Nêstes casos então tem-se as expressões :

$$\text{Volume de } K_2Cr_2O_7 = 20 \text{ ml}$$

$$\%C = 0,06.f. \left[(40 - V) 2 \right]$$

$$\text{Volume de } K_2Cr_2O_7 = 30 \text{ ml}$$

$$\%C = 0,06.f. \left[(40 - V) 3 \right]$$

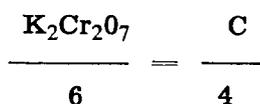
Volume de $K_2Cr_2O_7 = 40$ ml

$$\%C = 0,06.f. \left[(40 - V) 4 \right]$$

Volume de $K_2Cr_2O_7 = 50$ ml

$$\%C = 0,06.f. \left[(40 - V) 5 \right]$$

De acôrdo com a equação química principal, temos :



Ocorre que a relação $\frac{K_2Cr_2O_7 \text{ (PM)}}{6}$ é o equivalente-grama do dicromato de potássio (em meio ácido) donde vem :

$$\frac{K_2Cr_2O_7}{6} = \frac{12}{4} = 3 \text{ g C}$$

Logo 1000 ml de solução normal de $K_2Cr_2O_7$ oxidam 3 g C.

1000 ml sol N — 3 g C

1 ml sol N — 0,003 g C

1 ml sol 0,1N — 0,0003 g C

porém, para a oxidação inicial usa-se um volume a de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N

Transformando essa normalidade para 0,1 N, no caso de 10 ml.

10 ml sol. 0,4 N $K_2Cr_2O_7$ — 40 ml sol. 0,1 N $K_2Cr_2O_7$
como esta solução está sempre em excesso, titula-se o mesmo com sulfato ferroso amoniacal (v) logo :

$$(40 - v) \times 0,0003$$

será a quantidade em gramas de carbono que existe na amostra.

tra. Como o pêsso da amostra é 0,500 g, o cálculo da % de C orgânico (em relação à TFSE) é feito do seguinte modo :

$$\begin{aligned}
 100 \text{ g} & \text{ — } \% \text{ C org.} \\
 0,5 \text{ g} & \text{ — } (40-v) \times 0,0003 \times f \\
 & 200 \\
 \% \text{ C org.} & = \frac{\quad}{1} \times (40 - v) \times 0,0003 \times f \\
 \% \text{ C org.} & = 200 \times 0,0003 \times (40-v) \times f
 \end{aligned}$$

$\% \text{ C. org.} = 0,06 \times (40-v) \times f$
--

6.1.1.4. Preparação das soluções

Preparação da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N.

- a) Secar o sal $K_2Cr_2O_7$ p.a. numa estufa elétrica, à temperatura de 120-140°C durante 2 a 4 horas.
- b) Resfriar o sal num dessecador.
- c) Pesar 39,228 g do sal e passar para balão de 2 l com auxílio de mais ou menos 500 ml de H_2O . Agitar com firmeza até dissolver o sal.
- d) Juntar ao balão uma solução preparada pela mistura de 1 l. H_2SO_4 d = 1.84 e 500 ml de H_2O .
- e) Resfriar a solução e completar o volume a 2 l.

Titulação da solução de $K_2Cr_2O_7$

- a) Pesar cerca de 0,80 g de ferro metálico, em fio, aproximadamente 0,57 mm, p.a. de 99,98% de pureza, e transferir para um Erlenmeyer de 500 ml.
- b) Adicionar 15 ml de HCl concentrado, 3 ml de HN_3 e 30 ml de H_2SO_4 1:1. Cobrir o Erlenmeyer com um funil cuja haste tenha sido removida.
- c) Aquecer para que a dissolução do ferro seja completa. Continuar o aquecimento até o aparecimento de abundantes fumos brancos.

- d) Retirar da chapa e resfriar.
- e) Adicionar 20 ml de H₂O destilada, e 5 ml de HCl concentrado.
- f) Aquecer à ebulição. Retirar da chapa e reduzir o Fe⁺⁺⁺, juntando gôta a gôta, uma solução de cloreto estanhoso. Juntar 2 gôtas de excesso da solução redutora.
- g) Resfriar a amostra até temperatura ambiente. Colocar rapidamente 10 ml de solução saturada de clorêto mercúrico.
Deixar em repouso durante 3' a 5'.
- h) Juntar 10 ml de H₃PO₄ 1:3, diluir a 150 ml e adicionar 3 gôtas de difenilamina.
- i) Titular com K₂Cr₂O₇ 0,4N. Quando coloração cinza aparecer na solução, significará que o ponto final está próximo. Então titula-se vagarosamente gôta a gôta, até que a coloração mude para azul, sinal de que o ponto final foi atingido. Anotar o volume gasto V.

Cálculos :

	Pêso Fe pureza % Fe
	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>
	100
N =	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>
	0,05585
	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>
	volume gasto (V)

Preparação de soluções auxiliares :

— Solução de Clorêto Estanhoso

Dissolver 50 g de SnCl₂ · 2H₂O em 100 ml de HCl concentrado.

Aquecer na chapa até que a turvação desapareça. Diluir a 330 ml com H₂O destilada. Juntar pequenos pedaços de Sn metálico, afim de que o sal dissolvido não sofra oxidação. Guardar a solução num frasco escuro protegido da luz solar.

— Solução de difenilamina (1%)

Dissolver 1 g de difenilamina em 100 ml de H₂SO₄ conc.

- **Solução de ácido fosfórico**
Misturar 500 ml de H_3PO_4 concentrado, com 1000 ml de H_2O .
- **Solução saturada de clorêto mercúrico**
Colocar cêrca de 100 g de $HgCl_2$ num frasco de 500 ml contendo 400 ml H_2O destilada quente. Agitar bem para dissolver a máxima quantidade de $HgCl_2$. Resfriar.

Padronização de uma solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N

- 1) Preparação da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N
- a) Colocar 500 ml da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N com fator determinado num balão de 2 l. Resfriar, completar o volume.
- 2) **Pesar cêrca de 0,20 g de ferro metálico em fio, (c/ as mesmas especificações indicadas na preparação da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N).**
- b) Prosseguir adotando o mesmo procedimento utilizado para o preparo da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N.
- 3) **Cálculos :**

Pêso Fe x pureza % Fe	
5,585	Pêso Fe x pureza Fe
N = $\frac{\text{volume gasto}}$	= $\frac{5,585 \times \text{volume gasto}}$

Padronização de uma solução de $FeSO_4$ 0,1N :

- a) Pesar 40 g de $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2 SO_4 \cdot 6H_2O$ e dissolver em um pouco de água misturada com 10 ml de H_2SO_4 concentrado e completar o volume a um litro.
- b) Pipetar 25 ml da solução e transferir para 1 Erlenmeyer de 250 ml.
- c) Colocar 80 ml de uma solução de $H_3 PO_4$ (30,3 ml de $H_3 PO_4$ concentrado para 1 litro de solução). Misturar.
- d) Juntar 5 gôtas de difenilamina e titular com $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N.

Cálculos :

$$V N = V'N'$$

$$N' = \frac{V N}{V'}$$

N	— normalidade do $K_2Cr_2O_7$	0,1N
V	— volume do $K_2Cr_2O_7$	0,1N
V'	— volume do $FeSO_4$	0,1N
N'	— normalidade $FeSO_4$	0,1N

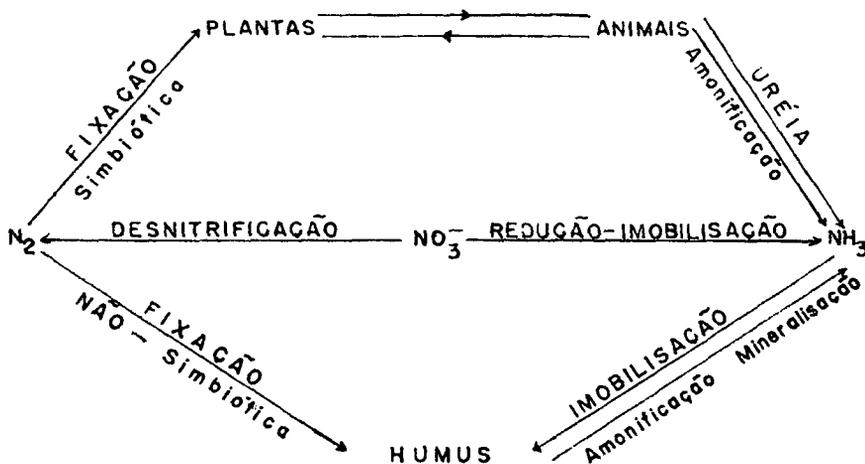
6.2. Nitrogênio Orgânico e Amoniacal

O nitrogênio tem sido durante muitos anos intensivamente pesquisado, em função de sua elevada importância como elemento nutriente das plantas.

A disponibilidade do nitrogênio para os vegetais é fundamental para o seu crescimento.

Ocorre que somente pequena parte do nitrogênio total existente no solo acha-se em forma disponível.

O ciclo de nitrogênio na natureza segundo BEAR é o seguinte :



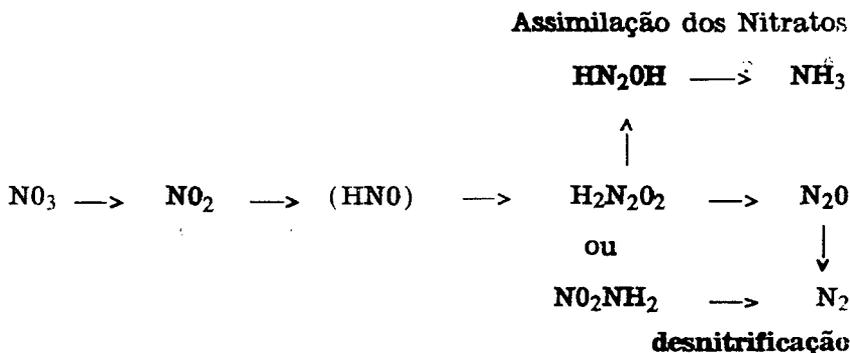
A mineralização do Nitrogênio é processada através da degradação dos compostos orgânicos nitrogenados existentes em resíduos orgânicos frescos incorporados ao solo, como aqueles existentes na matéria húmica do solo.

No processo de mineralização destacam-se duas fases principais: a amonificação, isto é, a transformação do N em NH_4^+ , e a nitrificação, constante da oxidação de NH_4^+ a NO_3^- .

Durante a mineralização instala-se ao mesmo tempo um processo reversivo denominado **imobilização**. Assim, é que, uma grande porção de NH_4^+ e NO_3^- pode ser imobilizado por microorganismos que utilizam êsses compostos na síntese do seu protoplasma. Algumas vêzes, parte dêste protoplasma e sub-produtos nitrogenados do metabolismo, passam a compôr a fração estável do húmus do solo.

O ion nitrato também pode ser perdido do solo através da **desnitrificação** biológica, por redução dêsse ion forma-se nitrogênio livre, o qual é absolutamente inútil para as plantas e maioria dos microorganismos.

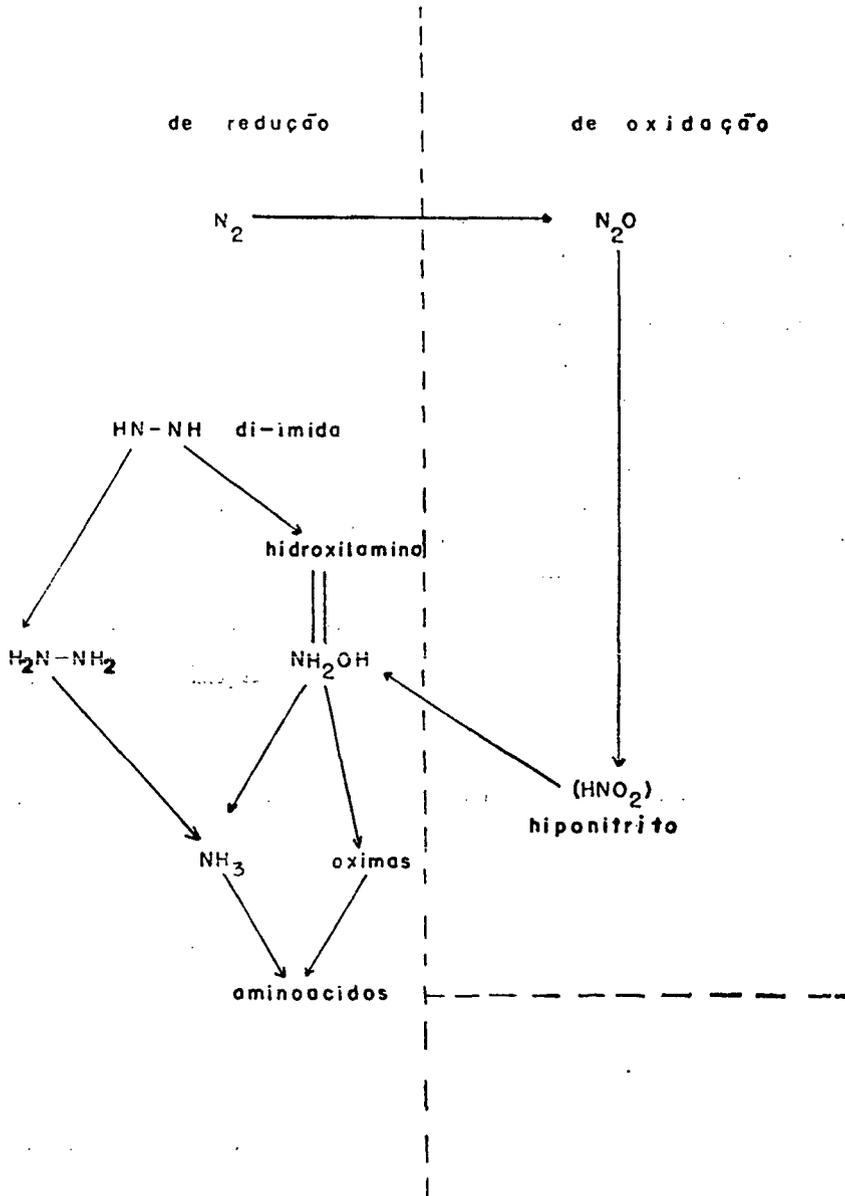
Considerando a dinâmica do processo, a desnitrificação e redução assimilatória do nitrato, podem ocorrer paralelamente segundo o esquema:



Porém, existem microorganismos capazes de utilizar nitrogênio molecular em seu metabolismo. Temos por exemplo as espécies **AZOTOBACTER** e **CLOSTRIDIUM**, bem como um grande número de bactérias heterotróficas, organismos autotróficos, bactérias fotossintéticas, e também algas azul-verdes.

Segundo BEAR a fixação do N atmosférico pode ser esquematizado do seguinte modo :

PROCESSO BIOQUÍMICO DE FIXAÇÃO DO NITROGÊNIO ATMOSFÉRICO



O nitrogênio é um elemento essencial na síntese da clorofila. Todas as proteínas e o protoplasma contém na sua composição molecular esse elemento.

O N é absorvido pelas raízes em forma de NH_4^+ ou NH_3^- , sendo que em condições de acidez com pH variando de 5 a 7 ambas as formas são absorvidas com grande facilidade pelas plantas.

O ion NO_3^- no solo é reduzido com grande rapidez a NH_3 , provavelmente em presença de enzima que possui em seu tecido vivo o molibdênio.

O NH_3 em combinação com os ácidos orgânicos forma aminoácidos, elementos fundamentais na construção dos edifícios proteicos do tecido vegetal.

A administração de nitrogênio à planta, altera a razão proporcional entre proteínas e carboidratos, além de propiciar a formação de células mais delgadas.

6.2.1. Método analítico

6.2.1.1. Teoria

O método Kjeldahl emprega como solução digestora uma mistura de H_2SO_4 , CuSO_4 e Na_2SO_4 , a fim de decompor a matéria orgânica transformando o nitrogênio da amostra em nitrogênio amoniacal.

O ácido sulfúrico tem as seguintes funções: conversão de sulfatos a sulfatos ácidos, oxidação de aceleradores orgânicos como sucrose, ácido benzóico, ácido salicílico e oxidação da amostra. Uma parte do ácido é perdida por ebulição e um excesso do mesmo é necessário, na fase de digestão da amostra, a fim de assegurar a ausência de perdas por volatilização dos sais amoniacais.

O sulfato de sódio, em mistura com ácido sulfúrico, funciona como agente térmico, elevando o ponto de ebulição da mistura, assegurando a manutenção da temperatura desejável ao processo.

Como catalisador positivo é empregado o sulfato de cobre, acelerando a decomposição da matéria orgânica.

Após a digestão o nitrogênio amoniacal é deslocado por hidróxido de sódio e destilado por aquecimento.

O recolhimento do nitrogênio amoniacal é feito em solução de ácido bórico a 4% em presença da mistura dos indicadores: Tetrabromo — m — cresol, Sulfontaleina (verde de bromocresol) e O — Carboxibenzeno-azo-dimetil anilina (vermelho de metila).

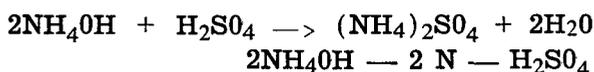
6.2.1.2. Processamento

1. Pesar $0,5 \pm 0,001$ g de TFSA e transferir para um balão de digestão Kjeldahl, capacidade 100 ml.
2. Transferir para dentro do balão 15 ml de solução digestora.
3. Colocar no digestor elétrico e aquecer.
4. Manter a digestão até que seja eliminada totalmente a matéria orgânica do solo, o que pode ser constatado através do clareamento da amostra.
5. Após a eliminação da matéria orgânica retirar do digestor e resfriar até temperatura ambiente.
6. Transferir o resíduo e líquido para um balão de destilação, de 100 ml de capacidade. Lavar bem o frasco de digestão, e transferir para o balão de destilação até que o volume de líquido alcance em torno de 45 ml.
7. Colocar alguns pedaços de "cerâmica vermelha" afim de normalizar a ebulição.
8. Para receber os gases amoniacais, colocar num frasco Erlenmeyer de 125 ml de capacidade 10 ml de H_3BO_3 a 4% e 5 gôtas de indicador.
9. Imergir a extremidade do tubo de destilação, no líquido contido no Erlenmeyer coletor.
10. Ao frasco de destilação adicionar lentamente 20 ml de NaOH 50%. Deve-se deixar escorrer o líquido cáustico pelas paredes do frasco, afim de que não ocorra perda de NH_3 , enquanto o balão estiver sem rôlha.
11. Tampar o balão com rôlha de borracha, a qual deve estar ligada ao tubo coletor de gases.

12. Agitar vigorosamente o balão e abrir a torneira de água para refrigerar os tubos de destilação.
13. Ligar o aquecimento elétrico da chapa aquecedora.
14. Destilar aproximadamente 35 ml da solução contida no frasco de destilação.
15. Retirar da chapa aquecedora. Resfriar até temperatura ambiente e titular com HCl 0,02N. com fator previamente determinado.

6.2.1.3. Cálculos :

A reação principal do processo é :



$$\text{N — } \frac{\text{H}_2\text{SO}_4}{2}$$

14 g N	—	49 g H ₂ SO ₄
1000 ml H ₂ SO ₄ N	—	14 g N
1000 ml H ₂ SO ₄ 2N	—	28 g N
1000 ml H ₂ SO ₄ 0,02N	—	0,28 g N
1 ml H ₂ SO ₄ 0,02N	—	0,00028 g N

usando 0,5 g de amostra, a percentagem de nitrogênio será calculada da seguinte maneira :

$$\frac{0,5}{100} \text{ ————— } \frac{V \times g \times 0,00028}{\% \text{ N}}$$

$$\% \text{ N} = V \times f \times 0,056$$

onde f é o fator do ácido.

Variando o peso da amostra deve-se sempre, multiplicar a expressão acima pelo quociente $\frac{0,500}{p}$ onde p é o peso da amostra.

p

6.2.1.4. Preparação das Soluções

Solução digestora : Pesar 180 g de Na₂SO₄ e dissolver em cerca de 1000 ml de água destilada. Adicionar 20 g de CuSO₄. 5H₂O. Depois juntar lentamente 600 ml de H₂SO₄ d = 1,84.

Resfriar até temperatura ambiente e completar o volume a 2000 ml.

Ácido bórico a 4% : Pesar 40 g de $H_3 B O_3$ e dissolver em \pm 900 ml de água destilada. Deixar em repouso durante 24 horas afim de facilitar a dissolução. Depois completar o volume a 1 litro com água destilada.

Indicador misto : Pesar 0,100 g de verde de bromocresol e 0,020 g de vermelho de metila e dissolver em álcool etílico a 95%. Depois completar o volume a 100 ml.

6.3 Hidrogênio e Alumínio Permutáveis

Estes dois elementos em forma trocável são responsáveis diretos pela acidez dos solos.

A acidez dos solos deve ser encarada principalmente sob o aspecto de intensidade e de quantidade. Através de medições potenciométricas, ou seja, pelo conhecimento dos valores do pH do solo, caracteriza-se a intensidade da acidez, ao passo que o quantitativo correspondente pode ser medido direta ou indiretamente pela quantidade de álcali requerida para titular o extrato do solo até um ponto final estabelecido arbitrariamente.

Segundo HISSINK o fator quantitativo na acidez do solo é expresso adequadamente pela seguinte fórmula :

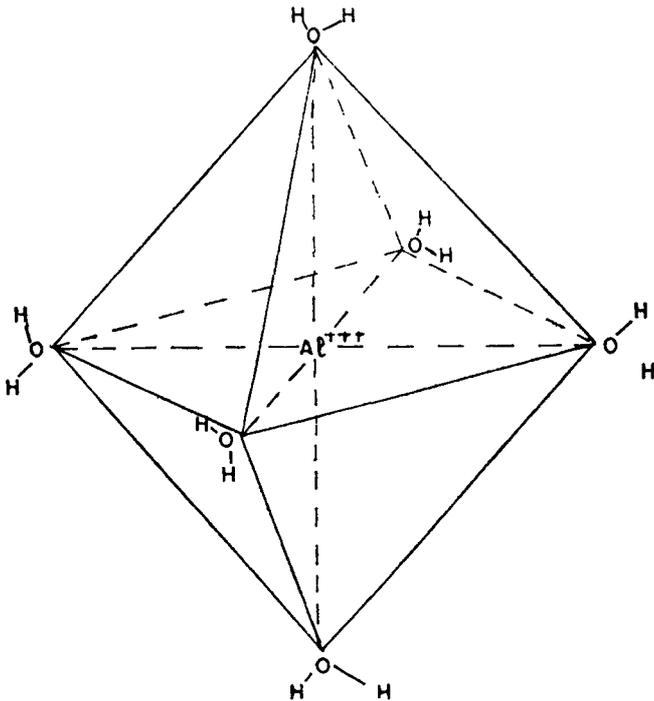
$$H^{+} + Al^{+++} = T - S$$

onde o **T** é capacidade total de adsorção do solo e **S** é a soma de bases trocáveis, sendo ambos medidos em miliequivalentes.

Através de tratamento do solo com solução de acetato de cálcio N, pH-7,0 inicialmente faz-se a extração dos cations H^{+} e Al^{+++} e posteriormente com clorêto de potássio N, pH — 7,0 extrai-se o alumínio. Por diferença obtém-se o hidrogênio permutável.

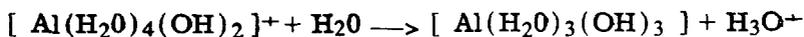
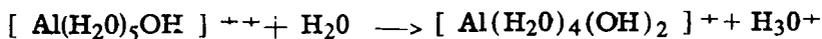
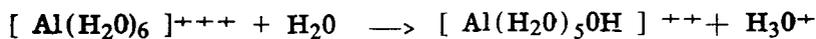
No solo existem espécies como H^{+} , ou H_3O^{+} denominado ion hidrogênio, assim como $Al(H_2O)_6^{+++}$. Os ions que contêm alumínio formam complexo de coordenação, no qual um átomo central de alumínio é ligado ao oxigênio de

seis moléculas de água, dentro de configuração octaédrica :



o íon alumínio hidratado, de um modo geral, pode ser considerado como um ácido, de vez que ele contém prótons removíveis, os quais são retirados das moléculas de água que rodeiam o alumínio. É interessante destacar que essas moléculas não são moles de água, no senso comum, de vez que estão ligadas ao alumínio com uma carga média de 0,5. Cada hidrogênio é ligado ao oxigênio com carga média de 0,75, deixando uma carga positiva média de 0,25 para cada hidrogênio em um total de 3 por cada íon alumínio hidratado. A

dissolução dos protons em água, pode ser representada pelas seguintes equações :



O alumínio trocável apresenta, acima de determinado limite, efeito fitotóxico para determinadas espécies vegetais. Assim é que, seu estado de inatividade no complexo sortivo de argila, é fator importante no estudo da fertilidade dos solos.

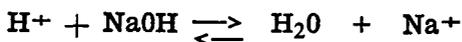
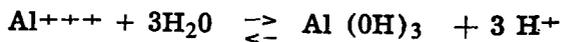
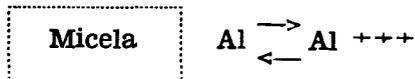
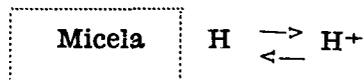
6.3.1. Método analítico

6.3.1.1. Teoria

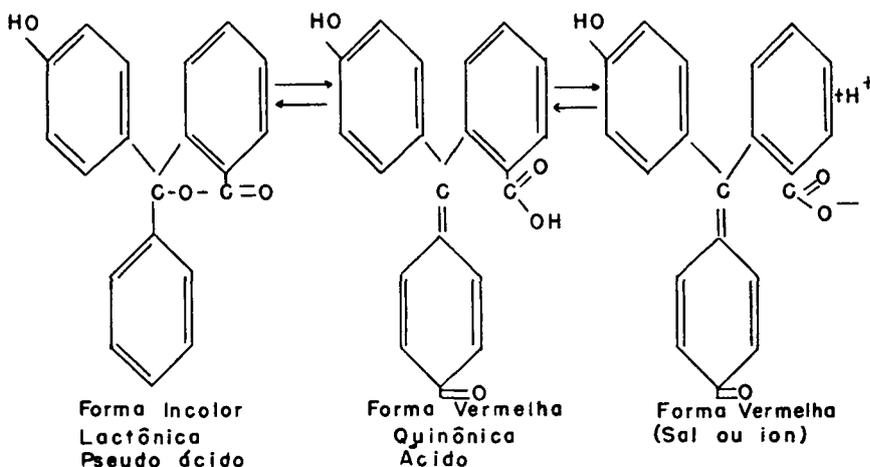
A extração do Hidrogênio e Alumínio permutáveis do solo é procedida com solução de $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{N}$, pH — 7,0.

Após a extração, a dosagem da acidez causada por êsses elementos é feita por solução de NaOH 0,1 N em presença da fenolftaleína como indicador.

As equações químicas simplificadas representativas do processo são :



a mudança de cor do indicador fenolftaleína dá-se em pH 8,3-10,0 e deve-se à uma modificação na sua estrutura molecular, como segue :



na dosagem de Al^{+++} emprega-se solução de KCl N, pH 7,0, e a titulação é feita com solução 0,1N de NaOH, em presença do azul de bromotimol como indicador.

O H^+ permutável é então obtido por diferença, isto é :

$$mE H^+ + Al^{+++}/100g \text{ solo} - mE Al^{+++}/100g \text{ solo} = mE H^+/100g \text{ solo}$$

6.3.1.2. Processamento

6.3.1.2.1. Hidrogênio e Alumínio Permutáveis

1. Pesar $10 \pm 0,01$ g de T.F.S.A. e transferir para um Erlenmeyer de 250 ml de capacidade e juntar 150 ml de solução normal de acetato de cálcio com pH 7,0.
2. Tampar o frasco com rólha de borracha e agitar com energia, em movimentos circulares.

3. Repetir as agitações várias vezes, e deixar em repouso até o dia seguinte.
4. Transferir para outro erlenmeyer 150 ml de solução de acetato, tampar e deixar para o dia seguinte.
5. Retirar, com pipeta aspirada à vácuo, 100 ml do extrato do solo.
6. Transferir para erlenmeyer de 250 ml. Juntar 5 gotas de fenoltaleína a 3% e titular com solução de hidróxido de sódio 0,1N até atingir o ponto final da titulação, caracterizado pelo aparecimento de coloração rósea persistente. Anotar o volume gasto V_a .
7. Retirar 100 ml da solução blank mencionada em (4).
8. Titular com a mesma solução alcalina e indicador, registrando o volume gasto V_b .

6.3.1.2.2. Alumínio Trocável

1. Pesar $7,5 \pm 0,01$ g de T.F.S.A. e transferir para um erlenmeyer de 250 ml. Juntar 150 ml de solução normal de KCl.
2. Tampar o erlenmeyer e agitar diversas vezes, adotando o mesmo procedimento citado na determinação anterior.
3. No dia seguinte pipetar 100 ml do extrato do solo transferindo para um Erlenmeyer de 250 ml. Juntar 3 gotas de solução do indicador azul de bromotimol e titular com solução de NaOH 0,1 N, até ser atingido o ponto final, caracterizado pela mudança de coloração da solução de amarela para azul. Anotar o volume gasto V_a .

Obs. : — Nesta determinação não se procede à titulação de blank, em face do extrator ser clorêto de potássio, portanto um sal derivado de um ácido forte e base forte.

6.3.1.3. — Cálculos



Pêso da amostra: 10 g

Extração: 10 g → 150



100 (6,667g)

1 ml NaOH — 0,1 mE H⁺ + Al⁺⁺⁺

6,667 — (Va — Vb) x 0,1 x f

100 — mE H⁺ + Al⁺⁺⁺

mE H⁺ + Al⁺⁺⁺/100 g solo = 1,50 (Va — Vb) x f

porém como o rendimento médio da reação é 90%, adiciona-se mais 10% à fórmula :

$$\boxed{\text{mE H}^+ + \text{Al}^{+++}/100 \text{ g solo} = 1,65 (\text{Va}-\text{Vb}) \times f}$$



Pêso da amostra: 7,5 g

extração: 7,5 g → 150



100 (5g)

0,000899

1 ml NaOH 0,1N ————— 0,1 mE Al⁺⁺⁺

0,000899

5 g ————— V x 0,1 x f

100 ————— mE Al⁺⁺⁺/100 g solo

$$\boxed{\text{mE Al}^{+++}/100 \text{ g solo} = V \times f \times 2}$$

6.3.1.4 — Preparação de soluções

Solução de Ca (CH₃COO)₂ N pH — 7,0 — Pesar 158,2 g de Ca (CH₃COO)₂ puro, e dissolver em cerca de 1800 ml de água isenta de gás carbônico. Depois completar o volume a 2.000 ml. Ajustar o pH até 7,0 com ácido acético ou solução de hidróxido de cálcio.

Solução de fenolfataleína 3% : Pesar 3 g do indicador e dissolver em 100 ml de álcool etílico absoluto.

Solução de KCl N pH — 7,0 — Pesar 149,12 g do sal sêco p.a., e dissolver em cerca de 1800 ml de água destilada. Depois completar o volume a 2.000 ml com água destilada. Se necessário, ajustar o pH com soluções de ácido clorídrico ou hidróxido de potássio.

Solução de bromotimol azul 0,1% Pesar 100 mg do indicador, transferir para um gral de porcelana ou ágata e juntar 1,6 ml de NaOH 0,1 N f = 1,000.

Triturar bem até que toda a massa do indicador esteja com coloração verde. Depois juntar água destilada até volume final de 100 ml.

6.4. Sesquióxidos de ferro e alumínio do complexo de laterização do solo.

A importância da determinação dos óxidos de ferro e alumínio nos solos, advém do fato de que estes compostos são originários do material parental ou constituem produtos de meteorização de outros minerais que contém os mesmos.

De um modo geral, o mecanismo de meteorização consiste na dissolução do material originário e precipitação dos óxidos de ferro e alumínio, os quais algumas vezes fazem parte da estrutura dos silicatos.

No entanto, de acordo com trabalhos realizados por JACKSON, a gibsite presente nos latossolos é considerada com mais ênfase produto de precipitação, do que relíquias das camadas octaédricas estruturais dos silicatos.

As frações molares dos óxidos de ferro e alumínio são relacionadas com as do óxido de silício, constituindo índices

de meteorização, os quais expressam o grau de meteorização química de um mineral ou material do solo.

Pesquisas realizadas por HARRASOWITZ, JENNY e MARBUT, citam as frações molares dos diversos constituintes de rochas, minerais e solos afim de condensar a análise elementar dêstes materiais.

Os índices mais utilizados são :

$$K_i = 1,7 \times \frac{\text{SiO}_2 \%}{\text{Al}_2\text{O}_3 \%}$$

$$K_r = \frac{1,7 \times (\text{SiO}_2 \%)}{(\text{Al}_2\text{O}_3 \%) + 0,6375 \times (\text{Fe}_2\text{O}_3 \%.)}$$

$$ba = \frac{\frac{\text{K}_2\text{O}\%}{94} + \frac{\text{Na}_2\text{O}\%}{62} + \frac{\text{CaO}\%}{56}}{\frac{\text{Al}_2\text{O}_3\%}{102}}$$

$$ba_1 = \frac{\frac{\text{K}_2\text{O}\%}{94} + \frac{\text{Na}_2\text{O}\%}{62}}{\frac{\text{Al}_2\text{O}_3\%}{102}}$$

$$ba_2 = \frac{\frac{CaO\%}{56} + \frac{MgO\%}{40,3}}{\frac{Al_2O_3\%}{102}}$$

$$af = 1,567 \times \frac{Al_2O_3\%}{Fe_2O_3\%}$$

como pode ser observado o Al_2O_3 é empregado mais frequentemente como base para o cálculo das perdas relativas de meteorização de outros constituintes.

6.4.1. — Método analítico

6.4.1.1. — Teoria

Neste método é utilizado o H_2SO_4 $d = 1,47$ como agente de decomposição de silicatos existentes no solo.

A densidade do ácido foi adotada no Laboratório Central da DPFS, com a finalidade de evitar que o dióxido de silício proveniente dos silicatos decomponíveis pelo ácido sulfúrico, torne-se ainda que parcialmente insolúvel em solução de Na_2CO_3 a 5%. Em experiências anteriormente realizadas com ácido mais concentrado, no Laboratório da DPFS, ocorreu a desidratação e insolubilização da sílica.

Além disso, na maioria das vezes, o ataque da TFSA com H_2SO_4 $d = 1,47$ fornece valores do Ki muito semelhantes às da fração argila do solo.

Quase sempre o valor do índice Kr na TFSA é menor que o da argila correspondente.

No método analítico respectivo a SiO_2 separada dos sesquióxidos é determinada colorimetricamente, como será tratado posteriormente.

O sesquióxido de ferro é dosado por dicromatometria, empregando-se o clorêto estanhoso como redutor.

O trióxido de alumínio é determinado por complexometria através de titulação indireta, com o emprêgo de solução de sulfato de zinco para reagir com o excesso de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$, e difeniltiocarbazona (ditizona) como indicador. O pH da solução é tamponado com mistura de ácido acético e acetato de amônio pH 4,62.

6.4.1.2. — Determinação de Al_2O_3

6.4.1.2.1. — Teoria

O alumínio total existente no filtrado do extrato sulfúrico do solo, é determinado por complexometria.

É usado o método indireto de titulação do excesso de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ por solução de sulfato de zinco, em presença de ditizona como indicador. A titulação final é conduzida em meio com pH 4,62.

O ferro e alumínio (em forma de aluminato) são separados previamente, por adição de NaOH a 40% e filtração do hidróxido respectivo.

6.4.1.2.2. Processamento

1. Transferir para balão volumétrico de 100 ml, exatamente 50 ml do filtrado do ataque sulfúrico, juntar 1 gôta de fenolftaleína e neutralizar com solução de NaOH a 40% até aparecimento de coloração rósea. Juntar 3 ml de excesso da solução de hidróxido de sódio após a viragem.
2. Colocar o balão em banho-maria e deixar em aquecimento durante meia hora.
3. Resfriar, completar o volume com água destilada. Agitar para homogeneizar a solução.
4. Filtrar através de papel de filtro (filtração rápida).
5. Do filtrado pipetar 25 ml e passar para Erlenmeyer de 250 ml.

6.4.1.2.4. — Preparação de Soluções

Sal di-sódico do ácido etilendiamino tetracético (Na₂-EDTA)-0,05M.

Secar uma porção do sal, em estufa a 105°C durante duas horas. Depois de resfriar o sal em dessecador, pesar 18,610 g e dissolver em cerca de 500 ml de água destilada. Completar o volume a um litro.

Sulfato de Zinco — 0,05M — Pesar 14,378 g de ZnSO₄.7H₂O, p. a. Dissolver em cerca de 500 ml de água destilada. Completar o volume a um litro.

Solução Tampão — pH 4,62 — Retirar exatamente 6 ml de ácido acético glacial e diluir com 50 ml de água destilada. Juntar 2 gôtas de azul de bromotimol, e titular até o aparecimento de coloração verde azulada ou azul esverdeada. Anotar o volume de NH₄OH gasto. Depois, colocar num balão aferido de um litro, cento e vinte mililitros de ácido acético e juntar um volume de amônia concentrada igual a 10 vezes o volume gasto na titulação anterior. Completar o volume com água destilada. Finalmente, se necessário, corrigir o pH com ácido ou base.

Ditizona — 0,025%

Pesar 25 mg do indicador e dissolver em 100 ml de álcool etílico absoluto. A solução deve ser guardada em frasco de polietileno, e mantida num refrigerador. Esta precaução faz com que a solução se conserve em boas condições, durante período de tempo desejável.

Ácido clorídrico — 50% em volume

Misturar 500 ml de ácido clorídrico concentrado p. a., com 500 ml de água destilada.

Hidróxido de sódio — 40% — Pesar aproximadamente 400 g de hidróxido de sódio, em lentilhas, e dissolver em água destilada. Completar o volume a 1 litro.

6.4.1.3. — Determinação de Fe_2O_3 .

6.4.1.3.1. — Teoria

O ferro total existente no extrato sulfúrico do solo é dosado pelo método clássico dicromatométrico, usando-se difenilamina como indicador redox.

A redução prévia do Fe^{+++} a Fe^{++} é feita com solução clorídrica de clorêto estanhoso. A seguir adiciona-se solução contendo Hg^{++} a fim de oxidar o pequeno excesso de Sn^{++} existente. Também é usado o radical PO_4 — — — para evitar o aparecimento da coloração amarela do Fe^{+++} , o que se consegue pela formação de anion complexo, baixando o potencial de oxidação do sistema ferro (III) — ferro (II).

6.4.1.3.2. — Processamento

1. Pipetar 50 ml do extrato sulfúrico e transferir para Erlenmeyer de 250 ml de capacidade.
2. Juntar 20 ml de ácido clorídrico 1:1 e 1 ml de solução saturada de clorato do potássio. Levar à ebulição.
3. Retirar o frasco da chapa aquecedora e adicionar, gota a gota, solução de clorêto estanhoso, em volume suficiente para a total redução do ferro trivalente, o que é facilmente reconhecido pelo descoramento da solução. Observou-se que, em alguns casos, devido a presença de ions interferentes, a solução não se descora completamente. O importante é que não deve ser adicionado excesso superior a 2 gotas da solução de clorêto estanhoso.
4. Juntar 100 ml de água destilada e em seguida 10 ml de solução saturada de clorêto mercúrico. Agitar.
5. Tampar o frasco com rôlha de borracha e resfriar até que a temperatura da solução seja igual à temperatura ambiente. Para acelerar o resfriamento banhar o frasco com água gelada.
6. Depois juntar 15 ml de solução fosfosulfúrica, 3 gotas de difenilamina a 1% e titular imediatamente com solução

0,1N de bicromato de potássio até atingir o ponto final caracterizado pelo aparecimento de coloração violeta na solução. Anotar o volume gasto de bicromato (V).

6.4.1.3.3. — Cálculos

Pêso da amostra : 2 g
 2 g —> 250 ml
 ↓
 50 ml

Fator de diluição : 5

Fator para cálculo da % de Fe_2O_3 :

1 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1N — 0,005585 g Fe

↓
 0,007985 Fe_2O_3

$$f = 5 \times 50 \times 0,007985 = 1,996$$

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 1,996 \times V$$

6.4.1.3.4. — Preparação de soluções

Bicromato de potássio 0,1 N — Secar em estufa o sal p. a., à temperatura de 130°C , durante duas horas. Retirar o frasco da estufa, colocando-o dentro de um dessecador pelo período de uma hora, após o que o sal está pronto para ser usado. Pesar 5,807.g do sal sêco e dissolver em água destilada, completando o volume do frasco a 2 litros.

Difenilamina 1% — Pesar 1 g do sal e dissolver em 100 ml de H_2SO_4 98%.

Solução fosfo-sulfúrica — Adicionar 150 ml de H_2SO_4 concentrado, 150 ml de H_3PO_4 concentrado a 600 ml de água destilada. Esfriar a solução até temperatura ambiente e completar o volume a 1 litro.

Clorêto estanhoso — Pesar 130 g do sal $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e dissolver em 130 ml de HCl concentrado e completar o volume a 1000 ml. Introduzir na solução fragmentos de estanho metálico, com a finalidade de manter um ambiente redutor no seio da solução evitando a oxidação do Sn^{++} .

Clorêto mercúrico (Solução saturada) — Colocar 50 g do sal dentro de um frasco contendo um litro de água destilada. Agitar por diversas vezes e deixar em repouso durante 2 horas, após o que a solução estará pronta para ser usada.

Clorato de potássio (solução saturada) — Colocar 40 g do sal dentro de um frasco contendo um litro de água destilada. Agitar várias vezes e deixar em repouso por um período não superior a duas horas, após o que a solução sobrenadante pode ser usada.

Acido clorídrico — 50% em volume — Adicionar 500 ml de HCl concentrado, p. a., a 500 ml de água destilada.

6.5. — Cálcio e magnésio permutáveis

Partículas coloidais dos minerais do solo bem como os colóides do solo geralmente são possuidores de potencial zeta.

Esta carga eletronegativa é oriunda da adsorção de um excesso de anions ou do desequilíbrio das cargas atômicas nos vértices dos cristais.

Consequentemente as partículas adsorvem cations, a fim de balancear a carga negativa. Os cations adsorvidos atuam então como elementos nutrientes das plantas.

Esta adsorção é regulada por vários fatores, dos quais destacam-se: tipo do cation, concentração do ion, natureza do anion associado com o cation e a natureza da partícula coloidal.

No solo geralmente encontra-se o cálcio participando em sistema órgão-mineral, sob as seguintes formas: adsorvido na matéria orgânica, trocável nas argilas, e também como carbonatos, fosfatos e silicatos.

O cálcio é necessário ao crescimento de todos os vegetais verdes, com exceção de algumas algas inferiores.

Uma parte do cálcio retirado pela planta, serve para a neutralização ou precipitação, sob forma fisiológica inativa, de certos ácidos orgânicos como tartárico, cítrico, oxálico, eliminando a toxidez dos mesmos.

Na planta o cálcio é encontrado sob a forma iônica, exercendo função semelhante às do potássio e magnésio.

O cálcio influencia diretamente no equilíbrio ácido-base e exerce principalmente ação reguladora na absorção de potássio, magnésio e sódio.

Considerando a ação neutralizadora do cálcio na acidez dos solos é muito difícil delinear-se separadamente esta função da de agente neutralizador das plantas.

O cálcio é muito mais abundante nos tecidos jovens do que nos tecidos mais velhos.

Os órgãos vegetativos contêm muito mais cálcio que os grãos. Nas folhas ocorre um aumento desse elemento com a idade, apresentando assim uma distribuição inversa a do K.

A avidéz das plantas pelo cálcio, está relacionada à capacidade de troca das raízes, isto é, à quantidade de cations que um determinado peso de raízes, é capaz de absorver.

As leguminosas possuem raízes com capacidade de troca elevada, e, por isso, são mais ávidas em cálcio do que as gramineas.

As espécies vegetais francamente calcífugas apresentam a tendência de absorver um excesso de cálcio a partir das soluções do solo, que, neste nível metabólico elevado, provoca a inibição da absorção do ferro e manganês. As plantas sob esse mecanismo de ação interiônica revelam sintomas de clorose férrica.

O magnésio é o elemento que apresenta em forma trocável, função muito importante na nutrição das plantas.

No solo encontra-se o magnésio — após liberação lenta por minerais do solo — principalmente, em forma adsorvida pelas argilas e matéria orgânica, sendo que uma pequena porção é precipitada fazendo parte de minerais secundários.

Na planta, o magnésio possui atividade fundamental, participando como átomo central da molécula da clorofila. Possui também ação ativadora das enzimas quinases, descarboxilases e enzimas ativadoras de aminoácidos.

Foi constatado também a função do magnésio da formação dos fosfolipídeos e de nucleoproteínas, já que é possível a sua atuação como elemento transportador do ion fosfato.

Sobre a influência decisiva do ion K, no seu mecanismo de absorção pela planta, muitos autores citam a relação K:Mg no solo como fator regulador e determinante da nutrição magnesiana da planta.

No entanto, recentes investigações provaram que a deficiência magnesiana das plantas só ocorre como consequência de adubação potássica, em solos que possuem K^+ trocável em teor menor que 10% da soma total de bases trocáveis.

6.5.1. Método analítico

6.5.1.1. Teoria

Este método foi recomendado pelo laboratório do DPFIS com a finalidade de facilitar e conjugar os trabalhos analíticos de estudos pedológicos com os das análises rápidas de solos (Soil Testing).

Assim, cálcio e magnésio trocáveis são extraídos com solução de clorêto de potássio N pH — 7,0 e, dosados por complexometria.

Como agente quelante largamente utilizado em Química Analítica têm-se o sal di-sódico do ácido etilendiamino-tetracético (Na_2 — EDTA).

É o agente titulante do cálcio e magnésio trocáveis, no extrato (em KCl N) do solo.

O cálcio e magnésio são dosados conjuntamente em alíquota contendo trietanolamina e cianeto de potássio, que constituem agentes de mascaramento, evitando a interferência dos elementos como cádmio, mercúrio, cobalto, cobre, níquel, zinco, ferro, manganês, titânio e alumínio.

A solução do solo é tamponada com tampão amônia-clorêto de amônio, afim de manter a alcalinidade em pOH-4.

Como **indicador metalocrômico** usa-se o sal sódico do ácido [1 — (1 — hidroxi — 2 naftil — azo) — 6 — Nitro — 2 — naftol — 4 sulfônico)] ou Negro de Eriocromo T.

O cálcio é dosado isoladamente com o emprêgo dos mesmos agentes mascaradores, porém, com a adição de KOH afim de aumentar a alcalinidade até pOH-2.

Nesta titulação usa-se como indicador metalocrômico o ácido [2 — hidroxi — 1 — (2-hidroxi-4-Sulfo-1-Naftil-azo) — 3 naftil — carbônico] ou ácido calconcarboxílico. Finalmente o magnésio é obtido por diferença.

A água de bromo usada no início da análise, tem a finalidade de destruir o indicador bromotimol azul presente na alíquota.

6.5.1.2. Processamento

- Pesar 7,5 g de amostra TFSA e juntar 150 ml de KCl N pH-7,00.
- Agitar algumas vezes durante o dia e deixar em repouso 24 horas.
- Da solução sobrenadante pipetar 100 ml usando trompa de vácuo.
- Dosar o Al^{+++} pelo processo normal. Logo depois colocar 1 ou 2 gôtas de água de bromo.
- Dividir a solução em duas alíquotas iguais.
- Juntar a uma das frações 7,5 ml do “coquetel” e uma porção de EBT.
- Titular com Na_2 — EDTA 0,02 N, até o aparecimento de cor azul livre de matizes avermelhados.
- Anotar o volume gasto V .
- Na outra alíquota juntar 3 ml de KOH a 10%, 5 ml de solução mascaradora, e uma porção de ácido calconcarboxílico.

— Titular com Na_2 — EDTA 0,02 N, até o aparecimento de côr azul puro.

— Anotar o volume gasto V .

6.5.1.3. — Cálculos

O equivalente grama do Na_2 EDTA é $\frac{\text{Na}_2 \text{ EDTA (PM)}}{2}$

o Na_2 EDTA 0,02 N apresenta a seguinte equivalência para o cálcio.

Volume (ml)	Normalidade	Equivalência em g Ca	mE Ca
1000	1	20	1000
1	1	0,02	1
1000	2	40	2000
1	2	0,04	2
1000	0,02	0,4	20
1	0,02	4×10^{-4}	0,02

para o magnésio :

Volume (ml)	Normalidade	Equivalência em g Mg	mE Mg
1000	1	12,16	1000
1	1	0,01216	1
1000	2	24,32	2000
1	2	0,02432	2
1000	0,02	0,2432	20
1	0,02	$2,432 \times 10^{-4}$	0,02

logo o resultado expresso em mE $\text{Ca}^{++}/100\text{ g}$ e mE $\text{Mg}^{++}/100\text{ g}$ será calculado como segue :

$$\begin{array}{ccc}
 7,5\text{ g} & \longrightarrow & 150\text{ ml} \\
 & & \downarrow \\
 & & 100\text{ ml}
 \end{array}$$

porém na titulação do $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ e Ca^{++} , usa-se a alíquota proveniente da titulação do Al^{+++} donde teremos :

$$\begin{array}{ccc}
 7,5 & \longrightarrow & 150 \\
 & & \downarrow \\
 & & 100 \left\{ \begin{array}{l} 50 \\ 50 \end{array} \right.
 \end{array}$$

então para o $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ vem :

$$\begin{array}{rcl}
 7,5 & \text{-----} & V_I \times 0,02 \times 3 \\
 100 & \text{-----} & \text{mE } \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}/100\text{ g}
 \end{array}$$

$$\text{mE } \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}/100\text{ g} = 0,8 \times V_I \times f$$

análogamente para o Ca^{++} temos :

$$\text{mE } \text{Ca}^{++}/100\text{ g} = 0,8 \times V_{II} \times f$$

o Mg^{++} é obtido por diferença

$$\text{mE } \text{Mg}^{++}/100\text{ g} = (V_I - V_{II}) \times 0,8 \times f$$

6.5.1.4. — Preparação de Soluções

1. **Clorêto de potássio N, pH — 7,0 :** Pesar 74,56 g de sal sêco, e dissolver em 500 ml de água destilada. Completar o volume a um litro. Determinar potenciomêtricamente o pH da solução, e, se necessário ajustar o pH com soluções de KOH ou HCl.

2. **Etilendiamino tetracetato di-sódico 0,02 N** : Pesar 3,723 g do sal sêco, dissolver em cêrca de 750 ml de água destilada e completar o volume a 1000 ml. Ajustar o fator da solução até o valor 1, utilizando para isso solução de cálcio 0,02 N, de acôrdo com o seguinte procedimento :

Pipetar 20 ml da solução de cálcio e transferir para um Erlenmeyer de 125 ml. Adicionar 3 ml de KOH 10% e uma porção do indicador ácido calconcarboxílico. Titular com Na₂ EDTA 0,02 N até o aparecimento de côr azul "limpo". Se o fator for 1 deve-se gastar exatamente 20 ml do agente titulante. Caso contrário, adicionar água ou sal, conforme o caso, e repetir a titulação, até o ajustamento final do fator. É recomendável para efeito de maior acuracidade, que se titule três alíquotas da solução padrão de cálcio, em cada ajustamento do fator de solução de Na₂-EDTA. É importante controlar periódicamente o fator de solução do agente quelante. A solução de Na₂ EDTA deve ser guardada em frasco plástico.

Solução padrão de cálcio (0,02 N em cálcio)

Colocar um pouco do sal CaCO₃ p. a. em cadinho de porcelana e aquecer em mufla elétrica à temperatura de 500°C durante 1 hora. Resfriar e pesar 1,0008 do sal sêco, e transferir para um bequer de 250 ml. Tampar com vidro de relógio. Afastando cuidadosamente a tampa do bequer, juntar pouco a pouco 10 ml de HCl 3N. Depois levar à ebulição durante 5 minutos para que todo o CO₂ seja expulso da solução. Resfriar até a temperatura ambiente e completar o volume a 1000 ml com água destilada. Guardar esta solução em frasco plástico, com tampa bem ajustada, afim de evitar evaporação do mesmo, o que provocaria a modificação da sua concentração.

Tampão clorêto de amônio — amônia, pH — 10 :

Pesar 67,5 g de clorêto de amônio, p. a. sêco e juntar 300 ml de água destilada. Adicionar cuidadosamente 600 ml de

NH_4OH p.a. $d = 0,91$, e logo depois 0,616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a., e finalmente 0,930 g de Na_2 — EDTA. Verificar se a temperatura da solução não está alterada, e então completar o volume a 1000 ml com água destilada. Controlar o pH da solução por meio do potenciômetro, ou através de teste com 70 ml de água destilada e uma pitada de EBT. Neste último caso, a solução deverá ter coloração púrpura; e com uma gota de Na_2 -EDTA deverá mudar para cor azul.

Hidróxido de Potássio a 10% : Pesar 100 g de KOH , p.a., em lentilhas e dissolver em cerca de 500 ml de H_2O destilada. Resfriar a solução até a temperatura ambiente e completar o volume a 1000 ml.

Ácido Calconcarboxílico a 1% : Pesar uma grama do indicador e misturar com 99 g de Na_2SO_4 p.a. anidro. Homogeneizar a mistura.

Negro de Eriocromo T : Pesar 1 g do indicador e misturar até homogeneização com 99 g de NaCl anidro.

Solução Tampão-Mascaradora : Retirar 300 ml da solução estoque, e misturar com 300 ml de trietanolamina, 50 ml de solução de cianeto de potássio a 10% e 100 ml de água destilada.

Solução Mascaradora (para Ca^{++} trocável) : Misturar 300 ml de Trietanolamina concentrada, com 50 ml de KCN a 10% e 150 ml de água destilada.

Trietanolamina p.a.

Cianeto de Potássio p.a.

7. ANÁLISE QUÍMICA INSTRUMENTAL

7.1. Potenciometria

7.1.1. Determinação do pH

7.1.1.1. — Teoria

No ano de 1909 o pesquisador SORENSEN criou um conceito original de representação da concentração do ion hidro-

gênio, através do uso do logaritmo negativo de $|H^+|$. Assim, denominou de pH (originalmente escrito Ph⁺) êste novo parâmetro de medida da acidez.

$$pH = \text{Log}_{10} \frac{1}{|H^+|} = -\text{Log}_{10} |H^+|$$

SORENSEN, baseou-se em seus estudos nas seguintes teorias já existentes naquela época.

a) LEI DE AÇÃO DAS MASSAS

Inicialmente esboçada por Berthollet (1799) e complementada por Guldber e Waage (1864).

Esta lei estabelece que a velocidade de uma reação química qualquer, é diretamente proporcional à quantidade expressa em concentração iônica ou molar ou ainda em massa por unidade de volume, das substâncias reagentes. Dêsse modo pode ser obtida a constante de equilíbrio de uma reação.

b) LEIS DE FARADAY (Eletrólise)

Nos idos de 1833 — 1834 FARADAY criou as seguintes leis:

- as quantidades de substâncias livres liberadas nos eletrodos são diretamente proporcionais à quantidade de eletricidade que atravessa a solução.
- a mesma quantidade de eletricidade libera número idêntico de miliequivalentes de substâncias nos eletrodos.

Estas leis possibilitam a apresentação da equação de NERST, na seguinte forma:

$$F = 96.500 n \frac{m}{p}$$

onde F é a unidade Faraday, n a valência, m o pêso molecular e p o pêso do ion depositado no eletrodo.

c) DISSOCIAÇÃO ELETROLÍTICA

ARRHENIUS no ano de 1887, estabeleceu que substâncias denominadas eletrólitos quando dissolvidas em água, dissociam-se em certo grau, gerando cations (+) e anions (-).

d) LEI DA DILUIÇÃO DE OSTWALD

OSTWALD no ano de 1888, e em publicações Zur Theorie der Flussigkeiten (Z. physik. Chem. II 36) e Ueber die Dissociationstheorie der Elektrolyte (Ibid II 270), divulgou a seguinte teoria: "o produto da concentração dos ions dividido pela concentração de moléculas não-dissociadas, é uma quantidade constante. Pode-se representar matematicamente esta teoria pela seguinte expressão:

$$AB \rightleftharpoons A^+ + B^-$$
$$K \text{ (const. dissoc)} = \frac{\text{conc. } A^+ \times \text{conc. } B^-}{\text{conc. } AB}$$

dêsse modo pode-se usar K como uma constante para ácidos e bases, dissociáveis, com valores de K_a e K_b respectivamente.

e) TEORIA DA PRESSÃO DA SOLUÇÃO ELETROLÍTICA

No ano de 1889 NERNST estabeleceu que os metais quando imersos em líquido, tendem a liberar seus átomos para o estado iônico. Definiu ainda a força eletromotriz (FEM) de um eletrodo normal de hidrogênio como sendo aquela dada por uma solução contendo 1 equivalente-grama de Hidrogênio por litro.

É importante ressaltar que esta foi a base do Método do Eletrodo de Hidrogênio, e portanto a base da teoria do pH.

Como vimos acima SORENSEN definiu pH como sendo o logaritmo negativo da concentração do ion hidrogênio.

No entanto sabe-se que não existe até hoje método para medir a atividade do ion hidrogênio, porém, a concentração desse ion é medida por métodos potenciométricos, razão pela qual, o pH deve ser mais corretamente representado pela seguinte expressão :

$$\text{pH} = - \log \text{H}^+ = - \log \text{C}_{\text{H}^+} \cdot f_{\text{H}^+}$$

onde o fator de atividade do ion f_{H^+} é usualmente admitido, considerando-se que $f_{\text{K}^+} = f_{\text{Cl}^-}$ para soluções de clorêto, de potássio, em tôdas as concentrações ou ainda que :

$$f_{\text{H}^+} = f_{\text{Cl}^-} = f_{\pm\text{HCl}}$$

Já que a atividade de um ion simples não pode ser determinada o National Bureau of Standards (NBS) dos Estados Unidos da América do Norte, têm certificado uma série de substâncias Tampão das quais soluções de valôr conhecido de pH podem ser rapidamente preparadas.

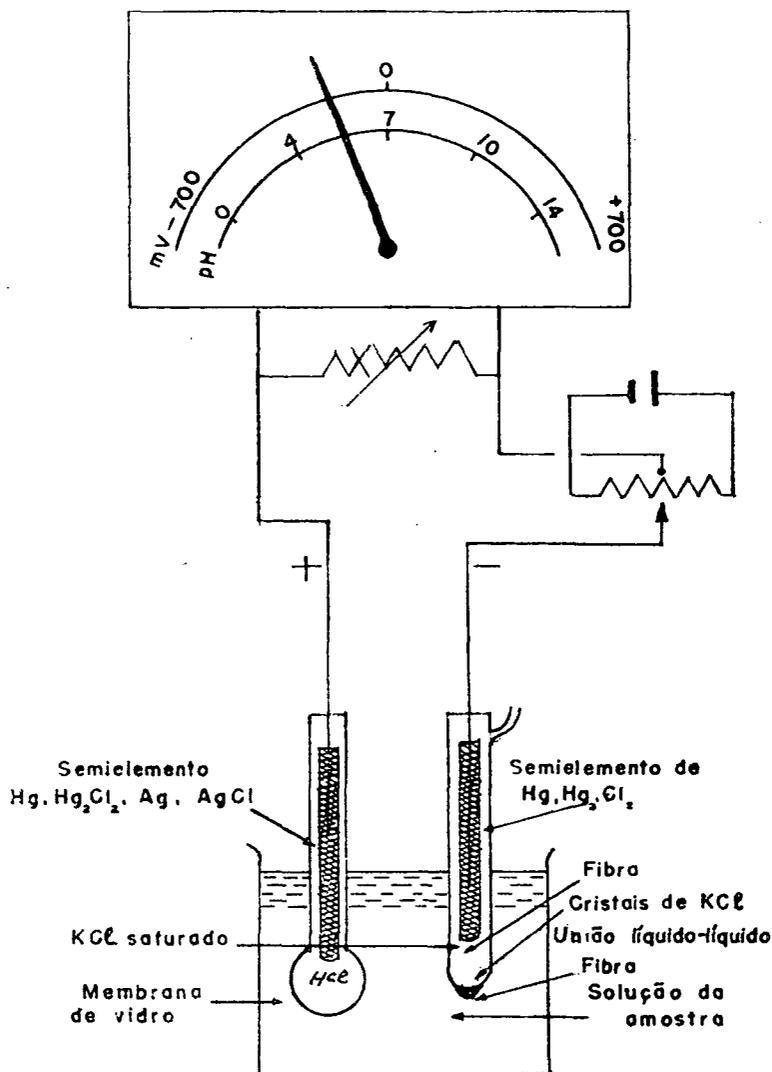
Existem muitos modos que permitem a determinação do pH de um fluído, ou superfície úmida. Porém todos êles podem ser agrupados em dois tipos de métodos : método eletrométrico e método colorimétrico.

O fundamento do método eletrométrico consiste na medição potenciométrica do potencial do eletrodo indicador do ion hidrogênio em comparação com eletrodo de referência. Êste último, geralmente consiste num eletrodo de calomelano saturado o qual também serve como uma ponte salina formando uma junção líquida entre o clorêto de potássio saturado e a solução da amostra.

O eletrodo de vidro tem tido larga aceitação, suplantando os outros tipos de eletrodos indicadores que são reversíveis para ions hidrogênio. Isto se deve não somente ao grande avanço na construção de eletrodos de vidro muito resistentes, mas, como a construção de potenciômetro tipo vacum-tube, ou medidores de pH.

O potenciômetro ou aparelho medidor de pH segundo conceito muito feliz e objetivo de PECSOK, é básicamente um voltímetro eletrônico, construído para uso com sistema de eletrodo de vidro.

A seguir representa-se em diagrama esquemático um medidor de pH acoplado com o sistema de eletrodos de vidro e calomelano:



Finalmente, deve-se alertar para o fato do pH ser um dos termos físico-químicos mais usados, porém, frequentemente mal interpretado. Assim é que, atenção especial deve ser dispensada à diferença entre concentração total do ion hi-

drogênio titulável (incluindo aquela de ácidos não-dissociáveis presentes) e a concentração do hidrogênio iônico "livre". A concentração total pode ser medida por titulação, enquanto que somente pelo método do pH, isto é, sem provocar alteração no equilíbrio químico existente, é que se pode determinar a concentração do hidrogênio iônico livre.

7.1.1.1.1. pH e acidez dos solos

Através da determinação do pH do solo, tem-se uma idéia da acidez relativa desse solo.

A reação do solo assim como o teor de sais existentes no mesmo, constituem dois fatores importantíssimos na avaliação da produção potencial de diversas culturas.

Os ions presentes numa solução estão distribuídos uniformemente. Assim, um determinado valor de pH indica a atividade real dos ions H^+ .

No entanto, uma suspensão de solo em água, não possui distribuição iônica uniforme.

A capa iônica difusa em argila ácida, apresenta atividade dos ions hidrogênio, muito maior que aquela existente entre as partículas na solução verdadeira.

Logo, o pH de uma solução extraída de uma suspensão de argila, pode não ser o mesmo pH da suspensão. Além disso, o pH da suspensão não indica a atividade dos ions H^+ na capa difusa em torno das partículas de argila.

Diversos fatores exercem influência sobre a acidez e portanto sobre o pH do solo. Dentre os mais importantes destacam-se :

- a) Tipo dos coloides do solo.
- b) Proporção solo-água.
- c) Sais solúveis.
- d) Dióxido de carbono do solo.

Tipos de Coloides

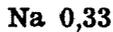
Denomina-se argila coloidal ou humus coloidal, aquelas partículas que possuem, conforme o caso, diâmetro menor que um micron. Estas partículas são denominadas de fra-

ção ativa por serem responsáveis por grande parte das reações químicas e biológicas que ocorrem no solo.

As argilas montmoriloníticas são minerais silico-aluminosos, tendo na sua estrutura duas capas de sílica e uma capa de alumínio, possuindo uma proporção teórica sílica versus sesquióxidos variando de 4 a 1. Caracterizam-se por conter diversas substituições isomórficas dentro do sistema cristalino respectivo. A fórmula aceita modernamente é aquela que aponta os ions adsorvidos como consequência das substituições em posição octaédrica e tetraédrica: $5Al_2O_3 \cdot 2MgO \cdot 24SiO_2 \cdot 6H_2O$ (Na_2O , CaO) ou estruturalmente:



↓



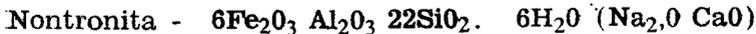
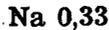
os minerais do grupo da montmorilonita são:



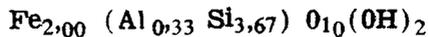
estruturalmente



↓



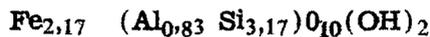
estruturalmente



↓



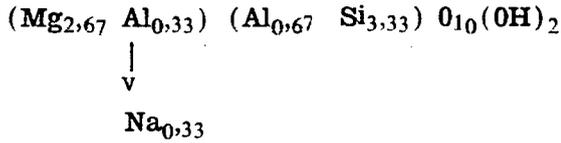
notronita aluminosa



↓



saponita aluminosa



como vimos as substituições isomórficas principais dentro da rede cristalina são Al^{+3} por Si^{+4} na posição tetraédrica do silício, e Fe^{+3} por Al^{+3} na posição octaédrica. A fonte de carga elétrica destas partículas são, em parte devido, às ligações não satisfeitas dos ions de oxigênio nas margens e esquinas rôtas, e também às uniões não satisfeitas originárias das substituições isomórficas dentro da rede. Assim, cada carga atua sôbre distâncias variáveis entre o lugar de substituições do plano externo da partícula.

De um modo geral, afirma-se que vinte por cento da capacidade de troca é originária de uniões rôtas e oitenta por cento da substituição iônica do grupo caulim.

Os minerais de argila do grupo do caulim são constituídos de duas unidades estruturais : sendo uma de sílica e outra de gibsita deformada. É interessante ressaltar que a camada de gibsita acha-se superposta à da sílica.

Entre essas camadas condensadas, co-participam átomos de oxigênio sendo que as oxidrilas residuais da camada de gibsita, situam-se no interior dos anéis hexagonais formados pelos vértices dos tetraedros de Si-O.

Ao contrário do que ocorre com os minerais montmoriloníticos não se conhecem substituições isomórficas nos minerais caulíníticos. Assim é que, a transformação de um membro no outro é originária de arranjos entre duas unidades estruturais.

No grupo do caulim temos os seguintes minerais : Caulinita, Diquita, Nacrita, Anauxita, Haloisita.

Os três primeiros possuem em termos aproximados, mesma composição química representada pela fórmula :



estruturalmente



as características principais que servem para a diferenciação entre a Caulinita, Diquita e Nacrita, são determinadas através da análise por difração com raios X, e na observação das formas cristalinas diferentes respectivas.

O roentnograma da anauxita apresenta-se igual ao da caulinita. No entanto, através da sua composição química indica teor mais elevado de sílica, que corresponde à fórmula $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

A haloisita apresenta-se em duas formas que se diferenciam através de graus de hidratação diferentes :



Nas argilas do grupo do caulim, conforme vimos, não ocorrem substituições iônicas dentro do edifício cristalino. A presença de cargas elétricas nestas partículas deve-se às uniões de valências expostas nas esquinas e margens rôtas, assim como à ionização dos ions hidrogênio de capa do plano expostos, dos grupos OH da capa de Al_2O_3 . É interessante destacar que esta capa parece ter propriedades anfotéricas, pois quanto maior fôr o pH do sistema ela liberará e portanto ionizará maior número de H^+ .

As argilas ílticas apresentam estrutura similar às montmoriloníticas, com a diferença que o Al^{+++} substitue em maior escala ao Si^{+4} nas posições tetraédricas, sendo que esta diferença de carga é equilibrada pela presença de ions K^+ . Este tipo de argila não incha em presença de água, em virtude da união feita pelos ions K^+ situados nas capas unitárias.

Os óxidos de ferro e alumínio são na maioria amorfos, e quando possuem capacidade de troca de cations, esta apresenta valores muito reduzidos.

O humus existente no solo é o produto intermediário da decomposição microbiológica da matéria orgânica. Consequentemente, possui diversos tipos de grupos funcionais que são capazes de atrair e dissociar ions H^+ como por exemplo, grupos carboxílico, fenólico, amínico e similares. É claro que a intensidade de ácido produzido dependerá da predominância de determinados grupos funcionais.

O humus é um material muito heterogêneo e consequentemente sua composição varia em função do material que lhe deu origem.

O humus também pode reagir com os íons de ferro e alumínio, formando complexos os quais por hidrólises geram íons H^+ .

Durante o processo de mineralização da matéria orgânica e humus, processa-se a liberação dos seguintes componentes: água, dióxido de carbono e vários sais. Ácidos orgânicos também podem ser produzidos durante este processo.

Logo, o aumento da concentração de CO_2 , a hidrólise dos sais ácidos e a ação dos ácidos orgânicos produzidos, contribuem e influenciam decisivamente na acidez e portanto no pH do solo.

Proporção solo-água

O pH varia de acordo com o teor de água presente no solo. Assim, um solo que esteja próximo à saturação de umidade, pode ter menos uma unidade de pH do que quando se encontra disperso em uma suspensão de solo-água 1:5 ou 1:10.

Explica-se este fato, em função de que a concentração reduzida da argila na suspensão e o contacto diminuído entre o hidrogênio adsorvido e a superfície do eletrodo e da solução do eletrólito permite dissociação mais intensa de cations na solução.

Logo, no campo, observa-se sempre uma diminuição do pH dos solos, à medida que a umidade dos mesmos vai diminuindo. Baseado neste fato, admite-se como regra geral que as culturas sensíveis à ação dos íons H^+ suportam maior acidez nos climas úmidos que nos áridos. Também postula-se que umidade excessiva pode ser mais prejudicial às culturas em solos alcalinos que nos ácidos.

Como regra geral, sabe-se que o pH decresce toda vez que aumenta a concentração de sais no solo.

Isto pode explicar-se pela troca iônica efetuada por esses cations, como acidez trocável H^+ e Al^{+++} liberando ácidos na solução do solo. Esta acidez aumentada é medida pelo eletrodo de vidro.

A presença de eletrólitos também reduz o pH dos solos nas zonas alcalinas e neutras. Logo, se uma argila sódica for dispersa em água pura, uma pequena parte dos ions Na^+ da camada difusa, sofrerá hidrólise, o que provocará o aumento da concentração de OH^- na solução.

O pH decrescerá, ou em outras palavras a acidez de um solo aumentará, tanto quanto mais elevada for a valência dos cations presentes no mesmo, isto se deve à energia de adsorção maior desses cations, pelo colóide de argila.

O conteúdo de sais da solução do solo flutua com a temperatura, oxidação da matéria orgânica e ação lixiviadora das chuvas ou águas de irrigação. Esta variação é responsável por algumas das mudanças que se verificam no pH, durante a estação de crescimento das plantas.

Alguns sais ou ions existentes podem influenciar de modo ponderável o pH do solo. Os sulfetos geram ácido sulfúrico por oxidação, e, em alguns casos, baixam o pH a níveis não recomendáveis para práticas agrícolas. A amônia e os ions amoniacais, são processados por bactérias, gerando ácido nítrico. Os sulfatos de ferro e alumínio, são em alguns casos, empregados como acidificantes do solo, pela acidez hidrolítica que liberam em contacto com a água do solo.

Dióxido de carbono

Vários trabalhos de pesquisa tem demonstrado que o pH dos solos que contém CaCO_3 ou teor elevado de ions CO_3 , H^- , está relacionado com a pressão do CO_2 , concentração de CO_3 , H^- e força iônica de solução do solo. Esta relação é expressa matematicamente pela equação :

$$\text{pH} = \text{pK}_1 - 0,5 \sqrt{\mu} + \log \frac{|\text{HCO}_3^-|}{|\text{CO}_2|}$$

onde pK_1 é logaritmo negativo da primeira constante de dissociação do ácido carbônico μ é a força iônica da solução, sendo o CO_2 determinado por :

$$\left| \text{CO}_2 \right| = \frac{P. a. p\text{CO}_2 \times 1000}{760 \times 22,400}$$

(moles/l)

em que P representa a pressão atmosférica (mm de Hg), a é solubilidade do CO₂ (ml/ml H₂O) e pCO₂ é a pressão do CO₂ (atm.).

Finalmente, devemos concluir em face dos diversos fatores estudados e que exercem influência no pH do solo, que o valor obtido em laboratório não é exatamente igual àquele existente no campo.

Assim, o método de determinação é em parte arbitrário, e os valores respectivos mencionados devem sempre ser acompanhados da descrição do método usado.

7.1.1.1.2. — Método Analítico

7.1.1.1.2.1. — Teoria

pH (em H₂O)

O método preconiza a adoção de uma proporção solo-água 1:1, afim de ser determinado o valor relativo da acidez atual do solo.

Se esta proporção for modificada, o valor do pH modificará. Assim é que, quanto mais diluída for a suspensão, maior será o valor do pH. Este fenômeno é conhecido com o nome de "efeito de suspensão". Uma das explicações para este fato é dada através da consideração de que a concentração dos ions H⁺ e Al⁺⁺⁺ é maior junto às partículas coloidais do solo negativamente carregadas, estabelecendo-se um gradiente entre as partículas e a solução do solo. Logo, quanto mais espessa for a suspensão, observar-se-á contacto mais íntimo do eletrodo com as partículas coloidais, baixando o valor do pH. Se adicionarmos mais água a camada iônica torna-se mais difusa, até que finalmente o eletrodo medirá o pH somente da fase líquida da solução.

Outra explicação para o "efeito de suspensão" admite que existe um "potencial de junção" no sistema argila-água.

Sabe-se que a medição potenciométrica do pH requer que a transferência dos ions K^+ e Cl^- se efetuem com a mesma intensidade. Nos sistemas de argila o ion K^+ é atraído pelas partículas carregadas negativamente e porisso, não difunde do mesmo modo que o ion Cl^- . Este fenômeno incrementa a diferença de potencial na junção do ponte salina com o sistema de argila.

Assim, quanto mais espessa fôr a suspensão ou pasta, o potencial será muito mais elevado do que deveria ser. Dêsde que esta diferença total seja usualmente interpretada como devida precipuamente a atividade do ion H^+ no sistema, o aparecimento do "potencial de junção" levará a êrros na medida do pH. Para minorar êste problema alguns investigadores medem o pH em proporção moderada solo: água, colocando o eletrôdo de calomelano "meia-célula" no líquido sobrenadante e o eletrodo de vidro no sedimento.

pH em KCl

A determinação do pH em solução normal de clorêto de potássio, propicia a obtenção de resultados que não são influenciados praticamente pelas pequenas flutuações no conteúdo de eletrólitos no solo. Os valores assim obtidos segundo Schofield e Taylor, são independentes da posição dos eletrodos e os potenciais de junção não exercem influência.

A adição de clorêto de potássio provoca troca iônica intensa e coloca em solução ions H_3O^+ e outros doadores de protons (ex. Al^{+++}) os quais sensibilizam o eletrodo de vidro, decrescendo o valor do pH. Os valôres assim obtidos, embora não pareçam representar aqueles correspondentes da solução do solo, fornecem dados próximos dos valôres do pH da atmosfera iônica do solo original, antes do tratamento com solução normal de clorêto de potássio.

7.1.1.1.2.2 — Processamento

1. Colocar 50 ml de TFSA em copo plástico de 100 ml de capacidade. Juntar 50 ml de H_2O ou 50 ml de solução normal de clorêto de potássio, conforme o caso.

2. Agitar com bastão de vidro e deixar em repouso por tempo nunca inferior a uma hora.
3. Após o repouso, agitar novamente com bastão de vidro o conteúdo do copinho e determinar imediatamente o pH da amostra por meio de potenciômetro provido de eletrodos de vidro e calomelano, fazendo porém com que ambos os eletrodos mergulhem na suspensão de terra.

7.2. Fotometria de Chama

É mencionado em diversas obras científicas que o agrônomo suéco LUNDEGARH é o responsável por ter despertado a atenção dos químicos para as vantagens da excitação de elementos químicos pela chama, em análises quantitativas.

Principalmente na última década deste século o método tem sido largamente utilizado.

Este método é muito útil na execução de métodos analíticos qualitativos e quantitativos.

A fotometria de chama tem como base a seleção e medição da intensidade de radiação monocromática, emitida por um grande número de elementos químicos quando excitados por ação térmica.

Para a determinação, é necessário que a amostra esteja em solução, a qual é primeiramente transformada em aerossol, para depois ser levada à chama.

Quando o aerossol líquido-gás penetra na chama, imediatamente dá-se a evaporação do solvente, deixando um resíduo gás-sólido.

Logo depois, as partículas sólidas do aerossol são vaporizadas na chama, transformando-se em moléculas gasosas as quais por aquecimento dissociam-se em átomos neutros. Estes, por sua vez, através de excitação posterior, perdem um dos eletrons mais internos o qual move-se até a órbita externa de nível energético mais elevado.

Pode ocorrer também o caso em que o elemento ioniza-se por suficiente excitação libertando um eletron da força atrativa do núcleo.

Paralelamente, algumas moléculas presentes no aerossol não são dissociadas na chama, por apresentarem grande estabilidade.

Além disso, novas moléculas estáveis podem formar-se por reações entre átomos dissociados e ions, as quais podem ser originárias do aerosol ou são produtos da combustão dos gases da chama e do ar. Estas moléculas quando excitadas, atendem com mudanças no nível orbital dos eletrons componentes, vibração dos átomos componentes e rotação das moléculas.

Átomos excitados, ions e moléculas quando retornam a estado energético mais baixo, emitem luz com comprimentos de onda característicos, como por exemplo: a linha atômica de 422,6728 $m\mu$ do cálcio.

É interessante observar que, tôdas as reações, após a vaporização do soluto, são reversíveis, e os seus estados de equilíbrio dependem principalmente de temperatura e concentração dos reagentes.

O método analítico por fotometria de chama sofre interferências de ordem espectral, que podem ser diretas e indiretas.

Um exemplo de interferência espectral direta é aquela causada por radiação, a qual provoca incrementos indesejáveis da intensidade na luz que está sendo medida. Esta radiação pode ser originária de gases excitados na chama, ou de linhas e bandas espectrais, ou ainda de radiação disseminada (Scattered) de elementos introduzidos. A interferência de uma radiação com outra depende do tipo, da proximidade de comprimento de onda, intensidade da radiação interferente e da resolução do instrumento.

Afim de eliminar estas interferências, podem ser adotadas, conforme o caso, as seguintes medidas: **seleção de um comprimento de onda largamente separado da radiação interferente, mudança das intensidades relativas através de mudanças na temperatura da chama ou na composição da solução ou ainda ajustamento da resolução do instrumento.**

Outro tipo de interferência direta é aquela causada por "auto-absorção" (self-absorption). Esta absorção, se processa por átomos presentes na orla externa mais fria da chama, com radiações emitidas por átomos neutros excitados que são abundantes na parte central da chama.

Este efeito é mais predominante na linha de ressonância do elemento.

Os fenômenos de associação e dissolução podem causar interferências indiretas. O incremento de temperatura da chama favorece a dissociação bem como a excitação de moléculas.

Moléculas extremamente estáveis podem formar-se na chama e isto decrescerá o número de átomos neutros disponíveis para excitação como por exemplo o CaAl_2O_4 , cujo teor aumenta com a elevação da concentração de Al^{+++} . Anions também podem formar moléculas com estabilidades variadas, de acordo com os átomos de metais, presentes na chama.

Os fosfatos formam compostos mais estáveis com metais alcalinos do que com clorêtos. Os clorêtos alcalinos possuem estabilidade superior à dos sulfatos e nitratos. A ordem de estabilidade dos metais alcalino-terrosos com êsses anions, entretanto, podem ser diferentes dos metais alcalinos.

A ionização também pode interferir indiretamente. Este fenômeno pode reduzir o número de átomos neutros disponíveis para excitação e emissão. Os metais alcalinos são particularmente susceptíveis à ionização. Esta interferência aumenta com a temperatura e torna-se mais evidente se um metal alcalino está presente e quando a concentração deste elemento é baixa (menor que 10 ppm).

7.2.1. Sódio e Potássio Trocáveis

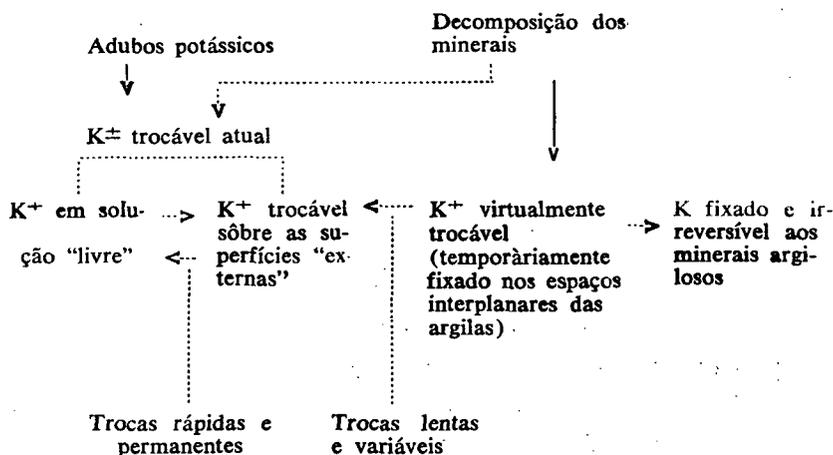
Constituem elementos importantes, componentes das bases trocáveis do solo.

Em solos muito lixiviados pela água, o sódio ocorre na albita plagiadase e em pequenas quantidades em mica, piroxênios e anfíbolitos, principalmente nas frações areia e silte. O sódio aparece também em forma de clorêto de sódio, sulfato de sódio e algumas vezes como carbonato de sódio e outros sais solúveis, em solos salinos e alcalinos.

O papel desempenhado pelo sódio como elemento nutriente das plantas em substituição parcial ao potássio trocável, está hoje demonstrado claramente nas pesquisas realizadas com milho "ray grass", batata e algodão.

O potássio no solo é encontrado principalmente fazendo parte dos minerais primários (ortose, biotita e muscovita) ou entre os folhelhos dos minerais secundários.

Afim de caracterizar bem a situação da dinâmica do potássio no solo, foi elaborado por BARBIER o seguinte esquema :



para efeito de nutrição das plantas em solos maduros, é muito mais importante a liberação dos ions K^+ através das trocas que se realizam com o elemento que ocupa os espaços interplanares das argilas, do que a solubilização do potássio por alteração dos minerais primários.

Num solo em equilíbrio, os deslocamentos dos ions K^+ se compensam da seguinte maneira :

(1) K^+ (sobre superfícies externas em solução) > (2) K^+ das partículas coloidais

assim é que, pela adição ao solo de K^+ por meio de adubos potássicos ou em função da retirada dos ions pelas plantas, os deslocamentos dos ions K^+ serão mais intensos num sentido ou noutro, até que seja restabelecido o equilíbrio.

No solo ocorre muitas vezes a fixação do potássio resultante da penetração dos ions K^+ entre os folhelhos que formam o edifício de certos minerais de argila como vermiculita, illita e montmorilonita. Os ions K^+ desse modo, perma-

necem durante algum tempo inacessíveis às trocas. Esta fixação varia principalmente em função do tipo de solo, natureza da argila e teor de K^+ trocável do solo.

Como fenômeno inverso ao da fixação manifesta-se a liberação, ou seja, a passagem do K da sua posição interfolhelhos para a forma trocável. Porém, a velocidade de liberação é muito menor que a quando da liberação do potássio rapidamente trocável. Assim é que, se considerarmos a satisfação da necessidade em potássio pela planta a partir da forma não trocável, conclui-se que de acordo com o tipo de solo e espécie, esta liberação é muito mais intensa em solos pobres, insuficientes porém para satisfazer as necessidades metabólicas das culturas.

A migração vertical dos adubos potássicos, lenta na maioria das vezes, depende sobretudo da filtração da água, da retenção pelo solo e do teor do solo em potássio trocável.

Nas plantas o potássio sempre se encontra em quantidade variável, de acordo com as espécies vegetais respectivas.

Inúmeros trabalhos de pesquisa caracterizaram bem a atividade quer direta ou indireta do potássio na acumulação dos hidratos de carbono, absorção e redução dos nitratos, síntese das proteínas, divisão celular, formação de ácidos orgânicos e de óleos, resistências às moléstias e manutenção do turgescência das células.

7.2.1.1. — Método analítico

7.2.1.1.1. Processamento

1. Pesar $15 \pm 0,01$ g de TFSA, transferindo para 1 Erlenmeyer de 250 ml.
2. Juntar 150 ml de solução extratora (0,05 N em HCl e 0,025 N em H_2SO_4).
3. Agitar durante 5 minutos em agitador horizontal circular.
4. Deixar em repouso durante uma noite.
5. Pipetar 50 ml do extrato e efetuar a leitura em fotômetro de chama.

7.2.1.1.2. Cálculos

É feita comparando-se o valor lido na escala do galvanômetro do aparelho com os das soluções-padrões.

O resultado é dado em $mE Na^+ / 100 g$ de TFSA e $mE K^+ / 100 g$ de TFSA.

7.2.1.1.3. Preparação de soluções

Solução extratora : 0,050 N em HCl
 0,025 N em H₂SO₄

Preparar 2 litros de HCl 4 N e 2 litros de H₂SO₄ 2 N. Depois retirar 25 ml de cada solução, transferir para balão volumétrico de 2 litros de capacidade. Completar o volume e agitar.

7.3. Espectrofotometria de Absorção : Colorimetria

Costuma-se dividir em dois tipos os métodos que dependem da absorção de radiação eletromagnética : métodos colorimétricos e métodos espectrofotométricos. Esta divisão tem sua validade histórica, porém em termos estritamente teóricos não é inteiramente válida.

Os métodos de análise colorimétrica consistem em tratar a solução de uma substância, de modo a que seja produzida coloração proporcional em intensidade à substância presente na solução. Estes métodos são aplicáveis à determinação de muitos metais, radicais e compostos orgânicos.

A amostra diluída a um volume definido é comparado com uma série de padrões com mesmo volume.

A luz visível quando passa através de qualquer meio é absorvido em parte.

A luz é uma forma de energia radiante, e a sua velocidade de propagação é dada pela equação :

$$\eta v = nc$$

onde η é o comprimento de onda (cm), v é a frequência (ciclos/s) e n é o índice de refração do material do meio que está sendo atravessado pela luz. A velocidade (c) da

luz no vácuo é $2,99776 \times 10^{10}$ cm/s. Este valor torna-se menor quando a luz atravessa qualquer outro meio.

A intensidade de luz é proporcional ao número de ftons ou "quanta" que passam na unidade de tempo através de um plano ou unidade de área perpendicular à fonte de energia. A energia de um fton é dada por :

$$E = h \nu$$

onde E é a energia do fton, dada em ergs, ν é a frequência em ciclos/s e h é a constante de Planck ou seja $6,624 \times 10^{27}$ erg/s.

A radiação é absorvida pela matéria de acôrdo com o tipo de estrutura eletrônica da substância absorvedora. Quando um fton é absorvido, pode provocar os seguintes efeitos :

- aumenta as energias rotacional e vibracional da molécula
- excita eletron ou eletrons até atingir níveis energéticos mais elevados.

No caso particular da análise química instrumental — espectrofotometria — aplicada à análise de solo, considera-se como de interêsse precípua o decréscimo da intensidade de um feixe de radiação observado quando a luz passa através da amostra. Esta redução de intensidade energética é proporcional à concentração da substância absorvedora existente na solução e à largura da cubeta que contém a mesma.

Para estabelecimento quantitativo dessas relações surgiram as seguintes leis :

LEI DE BOUGERT — LAMBERT

Por essa lei diz-se que a intensidade de luz transmitida pela amostra P é relacionada à luz incidente, P_0 , através da equação :

$$\text{Log} \frac{P}{P_0} = - K_1 b$$

onde P_0 é a intensidade de um feixe de luz incidente, que passa através de uma amostra com b centímetros de espessura (igual à largura da cubeta). A constante K_1 depende de condições experimentais como concentração da solução, tipo do material absorvente, e frequência da luz incidente. Esta lei estabelece que a intensidade de um feixe de radiação monocromática diminui exponencialmente, de acordo com o aumento da espessura da amostra absorvedora.

LEI DE BEER-BERNARD

Estabelece a relação entre as intensidades de luz e a concentração c do material absorvedor (a uma espessura fixa).

$$\text{Log} \frac{P}{P_0} = K_2 C$$

LEI DE LAMBERT-BEER

As duas primeiras leis podem ser combinadas a fim de compôr esta lei que é também conhecida com o nome de Lei de BEER:

$$\text{Log} \frac{P}{P_0} = abc$$

a quantidade a é denominada **absorbância** e é dependente do tipo de material absorvente, frequência de luz, temperatura, natureza do solvente, etc.

O quociente $\frac{P}{P_0}$ é chamado de **transmitância** e representa-se pelo símbolo T .

$$T = \frac{P}{P_0}$$

muitas vezes é preferível expressar esta relação em termos de absorvância ou densidade ótica A :

$$A = - \text{Log } T = \log \frac{P_0}{P} = abc$$

uma das vantagens que apresenta o uso da absorvância é a proporcionalidade direta que ela apresenta, algumas vezes, com a concentração do material absorvente.

Na aplicação prática de lei de BEER podem ocorrer desvios causados por

- sistemas que envolvem equilíbrio de ionização ou equilíbrio de dissociação, os quais podem ser alterados pelo pH e por diluição
- elevadas concentrações da solução o que provoca mudanças sensíveis no índice de refração da solução
- efeitos da temperatura nas bandas de adsorção.

7.3.1. Fósforo Total e Assimilável

De um modo geral pode-se afirmar que o teor de fósforo presente nos solos é baixo.

Este fato pode ser explicado através da composição química da rocha pobre em fósforo, ou através da perda de fósforo por lixiviação do solo.

Nos horizontes mais superficiais do solo, cerca de metade do teor de fósforo existente, acha-se combinado com compostos que formam a matéria orgânica e o restante ocorre em minerais e combinações inorgânicas.

O fósforo orgânico acha-se predominantemente ligado aos ácidos nucleicos encontrados em plantas e microorganismos. Pode também ocorrer em forma de fosfolipídeos e inosito-fosfatos.

Em solos calcários e alcalinos o fósforo inorgânico ocorre principalmente em forma de fosfatos de cálcio, dos quais o principal é fluorapatita — $\text{Ca}_{10} (\text{P}_0_4)_6 \text{F}_2$.

Em solos ácidos, como por exemplo no caso da Amazônia, através de intensa meteorização a acidez aumenta consideravelmente nos solos e em consequência o fósforo liga-se aos ions Fe^{+++} e Al^{+++} liberados pelos minerais meteorizados.

Em condições redutoras, isto é, em solos aluviais forma-se fosfato de ferro II, ou vivianita $[Fe_3 (PO_4)_2 \cdot 8H_2O]$.

Outro mineral fosfatado identificado na areia, limo e argila do solo é a wavelita $[Al_8(OH)_2 (PO_4)_2 \cdot 5H_2O]$.

Geralmente o fósforo que ocorre no material parental do solo apresenta baixa disponibilidade para as plantas.

Cada geração de plantas converte o fósforo do solo a fósforo componente dos tecidos da planta, em quantidades na ordem de alguns quilos por hectare. Talvez de um a dois terços do fósforo da planta, está na forma de fosfatos de cálcio e o restante como fósforo orgânico.

Com a incorporação e decomposição dos resíduos da planta ao solo, observa-se um pequeno aumento no teor do fósforo do solo o qual queda em forma muito mais solúvel do que aquele presente no material parental.

Este tipo de fósforo não reverte imediatamente à forma cristalina, porém permanece longo tempo em forma muito solúvel.

7.3.1.1. Método Analítico (Fósforo Total)

7.3.1.1.1. Teoria

Este método baseia-se na medição da intensidade da coloração azul desenvolvida pelo produto de redução heteropolíácido molibdofosfórico, formado por reação dos fosfatos do solo com molibdato de amônio, em presença de um sal de bismuto como catalisador.

Como agente redutor é empregado o ácido ascórbico. A redução processa-se à temperatura ambiente.

Este método foi idealizado por J. M. MARCEL e oferece em relação aos métodos anteriores as seguintes vantagens: grande estabilidade de cor azul, boa sensibilidade, reproduz

com fidelidade os resultados e fornece estreita relação linear entre a concentração do fósforo na amostra e a absorvância da solução.

7.3.1.2. Processamento

- 1 — Pipetar 5 ml do extrato sulfúrico e transferir para balão volumétrico, aferido, de 50 ml de capacidade.
- 2 — Adicionar 10 ml da solução molíbdica que contém bismuto.
- 3 — Completar o volume e juntar cerca de 30 mg de ácido ascórbico. Agitar.
- 4 — Deixar em repouso durante meia hora, e então efetuar a medição da absorvância da solução. A coloração azul é estável por um período de duas horas.

7.3.1.1.3. Cálculos

Comparar a absorvância da solução da amostra com a desenvolvida por padrões de 0,5 ml, 1,0 ml e 2,0 ml da solução padrão de P_2O_5 . Expressar o resultado em porcentagem.

7.3.1.1.4. Preparação de reagentes

- Solução de Bismuto : — Pesar 2 g de sub-carbonato de bismuto, juntar 150 ml de H_2SO_4 98% e 20 g de molíbdato de amônio. Completar o volume a 1000 ml com água destilada.
- Ácido ascórbico em forma sólida, pulverizada.
- Solução padrão de fósforo : — Pesar exatamente 0,0958 g de fosfatomono-potássico e transferir para um balão aferido de 1000 ml. Completar o volume com água destilada e agitar. Dêse modo 1 ml dessa solução contém 0,05 mg P_2O_5 .

7.3.1.2. Método analítico (Fósforo Assimilável)

7.3.1.2.1. Teoria

Este método possui fundamento teórico semelhante ao fósforo total.

7.3.1.2.2. Processamento

- 1 — Pesar 15 g de TFSA e transferir para um balão de 250 ml de capacidade.
- 2 — Juntar 150ml de solução extratora.
- 3 — Agitar durante 5 minutos.
- 4 — Filtrar, logo após a agitação, em papel de filtro isento de fósforo, até obter solução límpida.
- 5 — Pipetar 20 ml do filtrado, e transferir para balão volumétrico aferido, de 50 ml de capacidade.
- 6 — Completar o volume do balão com água destilada.
- 7 — Juntar ao balão cerca de 30 mg de ácido ascórbico, em pó.
- 8 — Agitar o balão, deixando em repouso durante 30 minutos (tempo mínimo) e não mais de duas horas, afim de que a coloração da reação se desenvolva totalmente.
- 9 — Determinar a absorbância da solução em foto-colorímetro, usando filtro vermelho.

7.3.1.2.3. Cálculos

Calcular o teor de P_2O_5 da amostra, expresso em mg $P_2O_5/100$ g, comparando-se o valor da absorbância, lido no aparelho, com os existentes em tabelas construídas com alíquotas da solução-padrão.

7.3.1.2.4. Preparação de Soluções

- **Solução extratora** : — (HCl 0,05N e H_2SO_4 0,025N). Misturar 62,5 ml de solução de HCl 4N com 62,5 ml de H_2SO_4 2N, completando o volume a cinco litros com água destilada.
- **Solução de molibdato de amônio** : — Pesar 2 g de subcarbonato de Bismuto e juntar 400 ml de água. Depois, cuidadosamente adicionar 150 ml de ácido sulfúrico. Resfriar e, juntar 20|g de molibdato dissolvido, em 200 ml de água destilada. Completar o volume a 1 litro.
- **Ácido ascórbico, sólido pulverizado**

- **Solução padrão de fosfato :** — Pipetar 50 ml da solução padrão usada no levantamento da curva de padronização do fósforo total, e diluir a 500 ml com água destilada. Um ml dessa solução contém 0,005 mg de P_2O_5 .

7.3.2. Dióxido de silício do complexo de laterização dos solos

A grande importância da determinação de SiO_2 proveniente do ataque sulfúrico do solo, com H_2SO_4 $d = 1,47$, reside no fato de que este ácido forte promove um ataque quase total dos silicatos secundários. O teor de SiO_2 obtido dessa forma, pode ser relacionado com os de Fe_2O_3 e Al_2O_3 determinados no filtrado do extrato sulfúrico. Esta relação é feita através da utilização das expressões :

$$K_i = \frac{\% SiO_2}{\% Al_2O_3} \times 1,7$$

$$K_r = \frac{1,7 \times \% SiO_2}{\% Al_2O_3 + 0,6375 \times \% Fe_2O_3}$$

êstes índices foram propostos por HARRASSOWITZ e indicam a alteração sofrida pelos minerais primários. Dêse modo pode-se ter idéia da liberação da sílica pelos silicatos, e caracterizar o solo como alítico ou sialítico.

7.3.2.1. Método analítico

7.3.2.1.1. Teoria

O método baseia-se na medição da absorbância da solução azul, obtida por redução com ácido ascórbico do complexo sílico-molibdico proveniente da reação do molibdato de amônio com o SiO_2 do extrato do solo.

A densidade ótica da solução é determinada com o uso do filtro vermelho do colorímetro.

7.3.2.1.2. **Processamento**

1. Pipetar com precisão 0,10 ml do filtrado que contém o silicato de sódio proveniente da dissolução da sílica em carbonato de sódio a 5%.
2. Transferir a alíquota para um copo plástico de ± 150 ml.
3. Adicionar 60 ml de água destilada e 2,5 ml da solução de molibdato de amônio. Transcorridos 10 minutos após a adição desta solução acrescentar 2,5 ml da solução de ácido tartárico. Ter o cuidado de agitar o copo logo após a adição de cada reagente, a fim de acelerar o desenvolvimento das reações.
4. Após cinco minutos acrescentar ± 30 mg de ácido ascórbico em pó. Agitar para dissolver o redutor.
5. Transferir a solução para um balão aferido de 100 ml e completar o volume com água destilada.
6. Deixar em repouso durante 1 hora, a fim de que seja totalmente desenvolvida a cor da solução.
7. Medir a densidade ótica da solução usando filtro vermelho. É importante observar que o aparelho deve ser previamente ajustado no valor 0 da escala de leitura da absorvância, com um blank preparado com todos os reagentes usados na análise.

7.3.2.1.3. **Cálculos**

A % de SiO_2 na amostra é calculada através da comparação do valor da densidade ótica da solução, com a leitura de padrões. A curva padrão deve ser construída através do uso de 0,05 ml, 0,10 ml e 0,20 ml de solução padrão contendo, nas condições de análise, doze por cento de SiO_2 .

7.3.2.1.4. **Preparação de soluções**

- **Solução de molibdato de amônio** — dissolver o sal em cerca de 500 ml de água destilada. Juntar, pouco a pouco, sessenta e dois mililitros de H_2SO_4 concentrado. Resfriar até temperatura ambiente e completar o volume a 1 litro.

- Solução de ácido tartárico : — pesar 280 g de ácido tartárico e dissolver em cerca de 800 ml de água destilada. Completar o volume a 1 litro.
- Acido ascórbico, sólido, pulverizado

8. ÍNDICES E UNIDADES EMPREGADAS

8.1. Índices de meteorização

8.1.1. Índice Ki

Este índice é calculado através da expressão que estabelece a relação ente as relações moleculares de SiO_2 e Al_2O_3 determinados através do ataque sulfúrico do solo.

$$K_i = \frac{\frac{\text{SiO}_2 \text{ \%}}{60}}{\frac{\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ \%}}{102}}$$

$$K_i = 1,7 \times \frac{\text{SiO}_2 \text{ \%}}{\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ \%}}$$

costuma-se considerar como indicativos de solos latossólicos valores de K_i variando de 1,33 a 1,82, enquanto que para solos podzolizados K_i variando de 1,82 a 2,50. É claro que este conceito é sobretudo relativo, e em alguns casos o valor deste índice em solos laterizados foge aos valores acima citados.

8.1.2. Índice Kr

Calcula-se através das relações moleculares entre SiO_2 , Fe_2O_3 e Al_2O_3 , determinadas no extrato sulfúrico do solo.

$$Kr = \frac{SiO_2 \ \%}{60} \cdot \frac{102}{Al_2O_3 \ \% + \frac{160}{Fe_2O_3 \ \%}}$$

simplificando matematicamente teremos a expressão final :

$$Kr = \frac{1,7 \times SiO_2 \ \%}{(Al_2O_3 \ \%) + 0,6375 (Fe_2O_3 \ \%)}$$

8.2. Soma de Bases Trocáveis (S)

É calculada pela expressão abaixo, sendo os resultados expressos em mE/100 g de TFSA.

$$S = Ca^{+++} + Mg^{+++} + Na^{+} + K^{+}$$

8.3. Capacidade Total de Troca de Cations (T)

É fornecida pela soma de S com Hidrogênio e Alumínio permutáveis, sendo expressa em mE/100 g de TFSA :

$$T = Ca^{+++} + Mg^{+++} + Na^{+} + K^{+} + H^{+} + Al^{+++}$$

$$T = S + H^{+} + Al^{+++}$$

8.4. Saturação Porcentual de Bases (V)

Indica a relação porcentual entre S e T :

$$V = \frac{S}{T} \times 100$$

8.5. Relação Carbono Nitrogênio (C/N)

É obtida por meio da relação entre as porcentagens de Carbono Orgânico e Nitrogênio Total do solo, e fornece uma

idéia relativa sobre o estágio de mineralização da matéria orgânica do solo. Em condições normais o valor desta relação situa-se entre 8 e 14.

8.6. Unidades empregadas

8.6.1. Equivalente Químico

Esta unidade é empregada com a finalidade de expressar os teores dos elementos sob forma de ion ativo em quantidades quimicamente equivalentes.

Quando um ion está em solução, define-se o equivalente-grama do mesmo, como sendo a massa deste ion que é descarregada eletronicamente, sobre um eletródo, por um faraday.

O equivalente-grama é calculado, dividindo-se a massa de um ion pela eletrovalência que apresenta.

$$E = \frac{M}{V}$$

os sub-múltiplos são calculados pelas regras normais do sistema decimal, estando agrupados no quadro seguinte :

Convenção	Equivalente	Miliequivalente	Microequivalente
Símbolo	E	mE(10 ⁻³ E)	μE(10 ⁻⁶ E)
Unidade utilizada	grama	miligrama	micrograma

mE/100 g de solo

mE/100 cc de solo

sendo esta última unidade usada em análise de fertilidade de solo.

8.6.2. Porcentagem (%)

Define-se como sendo a porção de um valor dado, que se determina, sabendo-se o quanto corresponde a cada 100. No caso de análises de solos as unidades empregadas são :

$$\% = \text{g}/100 \text{ g}$$

8.6.3. Miligramas por cem gramas

Esta relação é usada para exprimir quantidades relativamente pequenas de determinados elementos no solo.

$$\text{mg}/100 \text{ g}$$

8.6.4. Partes por milhão (ppm)

Geralmente esta unidade é empregada para exprimir os resultados de determinação de elementos, em estudos de fertilidade do solo. Corresponde ao número de partes do elemento existente em um milhão de partes da amostra.

SUMMARY

For the technical people that work in this special field of applied analytical chemistry the authors marked efforts to offers a useful publication about analysis of the Amazon soils.

So with emphasis are presented the theorethical basis and procedures of the analytical methods, principally the instrumental methods of analysis.

Special topic was dedicated to the soil sampling, and the relations with the study of the physical and chemical properties of the soils are discussed.

Finally are appended some data and tables very useful to the soils analists.

9. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a colaboração do Dr. VIRGILIO FERREIRA LIBONATI, técnico do IPEAN, pela revisão procedida no ítem amostragem de solos bem como a MARIA JULIETA FRAZÃO BATALHA, Bibliotecária do IDESP, pela adaptação do presente trabalho às normas bibliográficas brasileiras.

10. BIBLIOGRAFIA

1. ALEXEIEY, V. N. — *Quantitative Analysis*. Mir Publishers, 1955.
2. ASSUMPÇÃO, R. M. V. & MORITA, T. — *Manual de Soluções. Reagentes Solventes*. São Paulo, Universidade, 1968.
3. BEAR, F. E. — *Chemistry of the Soil*. Reinhold, 1967.
4. BLACK, C. A. — *Soil-Plant Relations* hip. J. Wiley. 1968.
5. BLACK, C. A., et *alli* — *Methods of Soil Analysis*, part 1 and 2. American Society of Agronomy, 1965.
6. FIGUEIREDO, A. A. — *Complexometria, ITA*, 1967. (Não publicado).
7. FEIGL, F. — *Specific and Special Reations*. Elsevier Publishing, 1940.
8. JACKSON, M. L. — *Análisis Químico de Suelos*. Editôra Omega, 1964.
9. JACKSON, M. L. et *alli* — *Chemical Weathering of Minerals in Soils*. Advances in Agronomy — V — 221-309. — 1953.
10. MALAVOLTA, E. — *Manual de Química Agrícola*. Editôra Agrônômica Ceres, 1967.
11. MOORE, W. J. — *Físico-química*. São Paulo, Universidade. Editôra ao Livro Técnico, 1968.
12. OHLWEILER, O. A. — *Teoria e Prática da Análise Quantitativa Inorgânica* — V-1-4. Brasília, Editôra da Universidade, 1968.
13. OJEA, F. G. — *Técnicas de Análises de Suelos*. Consejo Superior de Investigaciones Científicas. Madrid. 1964.
14. PECSOK, R. L. & SHIELOS, L. D. — *Moderns Methods of Chemical Analysis*. J. Wiley. 1968.
15. PRATT, P. F. & CHAPMAN, H. D. — *Methods of Analysis for Soils, Plants and Waters*. University of California. Division of Agricultural Sciences. 1961.
16. RICH, C. I. & THOMAS, B. W. — *The clay fraction of soils*. Advances in Agronomy — XII — 1-34. 1960.
17. THIAIS, J. L. — *L'Analyse des sols en Centre Orstom de Cayenne*. 1967.

18. VETTORI, L. — *Métodos de Análises de Solos*. DPFS e PRO-AG 249 — 1966 — (mimeog.)
19. VISCONTI, Y. S. — *Argilas e Minerais Afins*. Instituto Nacional de Tecnologia. 1951.
20. WELCHER, I. J. — *Organic Analytical Reagentes*. D. Van Nostrand Co. 1947.
21. WELLS, C. G. & COREY, R. B. — Elimination of interference by phosphorous and other elements in the flame photometric determinations of calcium and magnesium in plant tissue. *Soil Sci. Soc. Am. Proc* — 24 : 189-190 — 1960.
22. WEST, A. C. & COOKE, W. D. — Elimination of anion interferences in flame spectroscopy: Use of (ethylenedinitrilo) Tetraacetic acid. *Anal. Chem.* 32 : 1471-1474. 1960.

11. ANEXOS

PÊSO E NÚMERO ATÔMICO INTERNACIONAIS

Nome	Símbolo	Número Atômico	Peso Atômico
Actínio	Ac	89	227
Alumínio	Al	13	26,98
Americio	Am	95	243
Antimônio	Sb	51	121,76
Argônio	Ar	18	39,944
Arsênico	As	33	74,91
Astatino	At	85	210
Bário	Ba	56	137,36
Berkelio	Bk	97	249
Berílio	Be	4	9,013
Bismuto	Bi	83	209,00
Boro	B	5	10,82
Bromo	Br	35	79,916
Cádmio	Cd	48	112,41
Cálcio	Ca	20	40,08
Califórnio	Cf	98	249
Carbono	C	6	12,010
Cério	Ce	58	140,13
Césio	Cs	55	132,91
Chumbo	Pb	82	207,21
Cloro	Cl	17	35,457
Cromo	Cr	24	52,01
Cobalto	Co	27	58,94
Cobre	Cu	29	63,54
Cúrio	Cm	96	245
Disprósio	Dy	66	162,46
Einstênio	Es	99	254
Érbio	Er	68	168,94
Európio	Eu	63	152,00
Escândio	Sc	21	44,96
Estanho	Sn	50	118,70

N o m e	Símbolo	Número Atômico	Pêso Atômico
Estrôncio	Sr	38	87,63
Enxôfre	S	16	32,006
Férmio	Fm	100	255
Ferro	Fe	26	55 85
Fósforo	P	15	30,975
Fluor	F	9	19,00
Frâncio	Fr	87	223
Gadolínio	Gd	64	156
Gálio	Ga	31	69,72
Germânio	Ge	32	72,60
Háfnio	Hf	72	178,6
Hélio	He	2	4,003
Hólmio	Ho	67	164,94
Hidrogênio	H	1	1,0080
Índio	In	49	114,76
Iodo	I	53	126,91
Irdio	Ir	77	192,2
Kriptônio	Kr	36	83,80
Lantânio	La	57	138,92
Lítio	Li	3	6,940
Lutécio	Lu	71	174,99
Magnésio	Mg	12	24,32
Manganês	Mn	25	54,94
Mendelevio	Md	101	256
Mercúrio	Hg	80	200,61
Molibdênio	Mo	42	95,95
Neodímio	Nd	60	144,27
Neônio	Ne	10	20,183
Netúnio	Np	93	237
Níquel	Ni	28	58,69
Nióbio	Nb	41	92,91
Nitrogênio	N	7	14,008
Nobélio	No	102	253
Ósmio	Os	76	190,2
Ouro	Au	79	197,0
Oxigênio	O	8	16,000
Paládio	Pd	46	106,7
Platina	Pt	78	195,23
Plutônio	Pu	94	242
Polônio	Po	84	210

N o m e	Símbolo	Número Atômico	Pêso Atômico
Potássio	K	19	39,100
Praseodímio	Pr	59	140,92
Promécio	Pm	61	145
Protoactínio	Pa	91	231
Rádio	Ra	88	226,05
Radônio	Rn	86	222
Rênio	Re	75	186,31
Ródio	Rh	45	102,91
Rúbidio	Rb	37	85,48
Rutênio	Ru	44	101,1
Samário	Sm	62	150,43
Selênio	Se	34	78,96
Sódio	Na	11	22,991
Silício	Si	14	28,09
Prata	Ag	47	107,880
Tântalo	Ta	73	180,95
Tecnécio	Tc	43	99
Telúrio	Te	52	127,61
Térbio	Tb	65	158,93
Tálio	Tl	81	204,39
Tório	Th	90	232,05
Túlio	Tm	69	169,4
Titânio	Ti	22	47,90
Tungstênio	W	74	183,92
Urânio	U	92	238,07
Vanádio	V	23	50,95
Xenônio	Xe	54	131,3
Ytérbio	Yb	70	173,04
Ytrio	Y	39	88,92
Zinco	Zn	30	65,38
Zircônio	Zr	40	91,22

INTERVALO DE pH E MUDANÇA DE CÔR DOS INDICADORES

INDICADOR	NOME QUÍMICO	Côr em Solu- ção Ácida	Côr em Solu- ção Alcalina	ZONA DE VIRAGEM
Azul brilhante de cresilo (ácido)	Cloreto dietil-amino-me- til-amino-difenil azônico	Vermelho- alaranjado	Azul	0,0 — 1,0
Vermelho de Cresol (ácido)	- Cresolsulfonftaleina	Vermelha	Amarela	0,2 — 1,8
Vermelho de quinaldina	1 (p-dimetil-amino fenil- etileno) quinoleina etil iodeto.	Incolor	Vermelha	1,0 — 2,0
Azul de Timol (ácido)	Timol Sulfonftaleina.	Vermelha	Amarela	1,2 — 2,8
Tropeolina 00	Difenilamino p-benzeno- sulfonato de sódio.	Vermelha	Amarela	1,3 — 3,0
Púrpura de metacresol	m-cresolsulfonftaleina	Vermelha	Amarela	1,2 — 2,8
Azul de Bromofesol	Tetrabromofenol sulfonf- taleina.	Amarela	Azul	2,8 — 4,6
Amarelo de metilo	Dimetilamino-azobenzeno	Vermelha	Amarela	2,9 — 4,0
Alaranjado de metilo (Heliantina)	Dimetilamino-azobenze- no-Sulfonato de sódio.	Vermelha	Amarela	3,1 — 4,4

INDICADOR	NOME QUÍMICO	Côr em Solução Ácida	Côr em Solução Alcalina	ZONA DE VIRAGEM
Vermelho Congo *	Ácido difenil-azonaftilamina-4-sulfônico.	Violeta	Vermelha	3,0 — 5,0
Verde de Bromocresol	Tetrabromo-m-cresol Sulfonftaleina.	Amarela	Azul	3,8 — 5,4
Vermelho de Metil	o-Carboxibenzeno-azodimetilanilina.	Vermelha	Amarela	4,2 — 6,3
Vermelho de Clorofenol	Diclorofenolsulfonftaleina	Amarela	Vermelha	4,8 — 6,4
p — Nitrofenol	p — Nitrofenol	Incolor	Amarela	5,6 — 7,6
Púrpura de bromocresol	Dibromo-o-cresolsulfonftaleina	Amarela	Púrpura	5,2 — 6,8
Tornassol (litmus)	—	Vermelha	Azul	5,0 — 8,0
Azul de Bromotimol	Dibromotimol-sulfonftaleina	Amarela	Azul	6,0 — 7,6
Vermelho Neutro	Cloreto de aminodimetilamino-Tolufenazina	Vermelha	Amarela	6,8 - 8,0
Vermelho de Fenol	Fenol-Sulfonftaleina.	Amarela	Vermelha	6,8 - 8,4
Vermelho de Cresol (base)	o-cresolsulfonftaleina	Amarela	Vermelha	7,2 - 8,8

INDICADOR	NOME QUÍMICO	Côr em Solu- ção Ácida	Côr em Solu- ção Alcalina	ZONA DE VIRAGEM
Naftolftaleina	Naftolftaleina	Amarela	Azul	7,3 - 8,7
Azul de Timol (base)	Timolsulfonftaleina	Amarela	Azul	8,0 - 9,6
Curcuma	—	Amarela	Alaranjada	8,0 - 10,0
Fenolftaleina	Fenolftaleina	Incolor	Vermelha	8,3 - 10,0
Timolftaleina	Timolftaleina	Incolor	Azul	8,3 - 10,5
Amarelo de Alizarina R	Acido-p-nitrobenzeno-azo- salicílico.	Amarela	Vermelha- -Alaranjada	10,1 - 12,0
Azul brilhante de Cresilo	—	Azul	Amarela	10,8 - 12,0
Tropeolina 0 (base)	p — Sulfonbenzen-azo- resorcinol	Amarela	Alaranjada	11,1 - 12,7
Nitramina	2: 4: 6: — Trinitrofenil metil-nitroamina	Incolor	Alaranjado Escuro	10,8 - 13,0

INDICADORES REDOX

INDICADOR	CÔR DA FORMA		E° (a pH=0)
	OXIDADA	REDUZIDA	
Indigo, monosulfonato	Azul	Incolor	0,26
Fenosafranina	Vermelha	Incolor	0,28
Azul de Metileno	Azul	Incolor	0,52
1 — Naftol-2-Indofenol-Sulfonato de Sódio.	Vermelha	Incolor	0,54
2:6 — Dibromofenol indofenol	Azul	Incolor	0,67
Difenilamina	Violeta	Incolor	0,76
Difenilbenzidina	Violeta	Incolor	0,76
Ácido difenilaminosulfônico	Vermelho-Violáceo	Incolor	0,85
Verde de Lisamina	Alaranjada	Verde	0,99
Erioglaucina	Alaranjada	Amarelo-Esverdeado	1,00
Ácido N-fenilantranílico	Vermelho-púrpura	Incolor	1,08
0-Fenantrolina	Azul pálida	Vermelha	1,08
Sulfato-tri-o-fenantrolina ferroso.	Azul pálida	Vermelha	1,14
Nitro-o-fenantrolina	Violeta	Vermelha	1,25
Sulfato Tri-nitro-o-fenantrolina ferroso.	Violeta	Vermelha	1,25

TIPO DE
CONVERSÃOMULTIPLICAR O PÊSO
DE POR PARA OBTER

FATORES QUÍMICOS — GRAVIMÉTRICOS

Al	1,8895	Al ₂ O ₃
Al ₂ O ₃	0,52913	Al
Al ₂ O ₃	6,5363	Al ₂ (SO ₄) ₃ · 18H ₂ O
Al ₂ O ₃	2,3922	AlPO ₄
K ₂ SO ₄ · Al ₂ (SO ₄) ₃ 24H ₂ O	0,10746	Al ₂ O ₃
Sb	1,1971	Sb ₂ O ₃
Sb ₂ O ₃	0,83535	Sb
Sb	2,7426	K (SbO) · C ₄ H ₄ O ₆ · 1/2H ₂ O
As	1,3204	As ₂ O ₃
As	1,5340	As ₂ O ₅
As ₂ O ₃	0,75736	As
As ₂ O ₃	1,1618	As ₂ O ₅
As ₂ O ₅	0,6519	As
Ba	1,6994	BaSO ₄
BaSO ₄	0,58845	Ea
BaSO ₄	0,13737	S
BaSO ₄	0,41154	SO ₄
B	5,7157	H ₃ B ₃ O ₃
H ₃ B ₃ O ₃	0,1749	B
Na ₂ B ₄ O ₇ · 10H ₂ O	0,028366	B
Ca	2,4973	CaCO ₃
Ca	4,2959	CaSO ₄ · 2H ₂ O
CaCO ₃	0,4004	Ca
CaSO ₄ · 2H ₂ O	0,23277	Ca
CaO	0,715	Ca
CaC ₂ O ₄	0,3128	Ca
Ca ₃ (PO ₄) ₂	0,1292	Ca
Ca ₃ (PO ₄) ₂	0,54238	CaO
CaSO ₄ · 2H ₂ O	0,5579	SO ₄
CaCO ₃	0,43971	CO ₂
Ca (HCO ₃) ₂	0,54295	CO ₂
CoCl ₂ · 6H ₂ O	0,24769	Co
CO ₂	0,27291	C
BaCO ₃	0,06085	C
BaCO ₃	0,22299	CO ₂
C	3,6642	CO ₂

FATORES QUÍMICO = GRAVIMÉTRICOS

TIPO DE
CONVERSÃO

MULTIPLICAR O PESO DE	POR	PARA OBTER
AgCl	0,24737	Cl
Cl	4,0426	AgCl
Cl	1,6484	NaCl
KCl	0,47557	Cl
Cl	2,1027	KCl
NaCl	0,60664	Cl
Cu	3,9296	CuSO ₄ .5H ₂ O
Cu0	0,79884	Cu
Cu0	3,1391	CuSO ₄ .5H ₂ O
CuSO ₄ .5H ₂ O	0,25448	Cu
FeSO ₄ . (NH ₄) ₂ SO ₄ .6H ₂ O	0,14242	Fe
Fe	1,4297	Fe ₂ O ₃
Fe ₂ O ₃	0,69944	Fe
FeSO ₄ .7H ₂ O	0,20088	Fe
FeSO ₄ .7H ₂ O	0,28720	Fe ₂ O ₃
NaF	0,4523	F
Li	6,1091	LiCl
LiCl	0,16367	Li
Mg0	0,60317	Mg
Mg ₂ P ₂ O ₇	0,2185	Mg
MgSO ₄ .7H ₂ O	0,09866	Mg
Mg ₂ P ₂ O ₇	0,36228	Mg0
Mo	1,5003	MoO ₃
MoO ₃	0,66655	Mo
MnSO ₄	0,36383	Mn
Mn0	0,77446	Mn
N	1,2159	NH ₃
N	4,7168	(NH ₄) ₂ SO ₄
N	3,2844	N0 ₂
N	4,4266	N0 ₃
NaN0 ₃	0,16480	N
NH ₃	3,6999	HN0 ₃
NH ₃	0,82245	N
NH ₃	3,6407	N0 ₃
(NH ₄) ₂ SO ₄	0,21201	N
N0 ₃	0,22591	N
N0 ₃	0,27467	NH ₃
N0 ₂	0,30447	N

TIPO DE
CONVERSÃOMULTIPLICAR O PÊSO
DE

POR

PARA OBTER

P	2,2914	P ₂ O ₅
P	3,0661	P ₂ O ₄
P ₂ O ₄	0,32613	P
P ₂ O ₄	0,7473	P ₂ O ₅
P ₂ O ₅	0,43642	P
P ₂ O ₅	2,18	Ca ₃ (P ₂ O ₄) ₂
P ₂ O ₅	1,3381	P ₂ O ₄
Ca ₃ (P ₂ O ₄) ₂	0,45762	P ₂ O ₅
Ca ₃ (P ₂ O ₄) ₂	0,1997	P
Ca(H ₂ P ₂ O ₄) ₂ .H ₂ O	0,2457	P
CaHP ₂ O ₄ .H ₂ O	0,3599	P
KH ₂ P ₂ O ₄	0,2276	P
K	1,2046	K ₂ O
KCl	0,52443	K
K ₂ O	0,83015	K
K ₂ SO ₄	0,44874	K
KClO ₄	0,28219	K
Si	2,1392	SiO ₂
SiO ₂	0,46937	Si
AgCl	0,2473	Cl
AgNO ₃	0,84371	AgCl
AgNO ₃	0,2087	Cl
Na	1,5422	Cl
Na ₂ CO ₃	1,2855	CaSO ₄
Na ₂ CO ₃	0,43382	Na
NaCl	1,8457	Ag
NaCl	0,6066	Cl
NaCl	0,39336	Na
Na ₂ SO ₄	0,32371	Na
S	5,3695	CaSO ₄ .2H ₂ O
S	7,2795	BasO ₄
S	2,995	SO ₄
S	0,13737	S
BasO ₄	0,41155	SO ₄
BasO ₄	3,0566	H ₂ SO ₄
S	0,3271	S
H ₂ SO ₄	0,1862	S
CaSO ₄ .2H ₂ O	0,5566	SO ₄
CaSO ₄ .2H ₂ O	1,7812	CaSO ₄ .2H ₂ O
SO ₄	0,3217	S
SO ₄		
TiO ₂	0,59950	Ti
Zn	1,2447	ZnO
Zn	4,3982	ZnSO ₄ .7H ₂ O
ZnO	0,8033	Zn
ZnSO ₄ .7H ₂ O	0,22736	Zn

FATORES QUÍMICO = GRAVIMÉTRICOS

FATORES DE CONVERSAO

Conversão	MULTIPLICAR	POR	PARA OBTER
	mE	Pêso Equivalente	mg
Miliequivalentes em miligramas	Ca	20,04	Ca
	Mg	12,16	Mg
	Na	23,00	Na
	K	39,10	K
	Cl	35,46	Cl
	SO ₄	48,03	SO ₄
	CO ₃	30,00	CO ₃
	HCO ₃	61,01	HCO ₃
	PO ₃	31,65	PO ₄
	CaSO ₄ · 2H ₂ O	86,09	CaSO ₄ · 2H ₂ O
	CaCO ₃	50,04	CaCO ₃
	S	16,03	S
	H ₂ SO ₄	49,04	H ₂ SO ₄

**EQUIVALENCIA ENTRE 1 ml H₂SO₄ 0,1 N
E DIVERSAS SUBSTÂNCIAS**

Substâncias	mg	Substâncias	mg
Na ₂ CO ₃	5,30	CaO	2,804
NaHCO ₃	8,402	ZnO	4,069
Na ₂ O	3,1	MgO	2,016
NaOH	4,00	MgCO ₃	4,216
Na ₂ B ₄ O ₇	10,06	Li ₂ CO ₃	3,695
Na ₂ B ₄ O ₇ · 10H ₂ O	19,07	Citrato de Sódio Anidro	8,60
KOH	5,61	Tartarato de só- dio e potássio	10,508
K ₂ CO ₃	6,910	Hexamina (C ₆ H ₁₂ N ₄)	3,505
KHC0 ₃	10,01	Uretana (C ₃ H ₇ O ₂ N)	8,909
N	1,4	Efedrina (C ₁₀ H ₁₅ ON)	16,52
NH ₃	1,70	Estricnina	33,44
N ₂ O ₅	5,401	Emetina	24,05
NO ₃	6,2008	Piridina	7,9

**RELAÇÃO ENTRE CONCENTRAÇÃO E DENSIDADE
RELATIVA DE SOLUÇÕES DE ÁCIDO SULFÚRICO**

DENSIDADE RELATIVA (d_{15}^4)	NORMALIDADE	% PORCENTAGEM (g/100g)	CONCENTRAÇÃO (g/L)	DENSIDADE RELATIVA (d_{15}^4)	NORMALIDADE	% PORCENTAGEM (g/100g)	CONCENTRAÇÃO (g/L)
1,006	0,20	1	10,1	1,449	16,26	55	797
1,013	0,41	2	20,3	1,502	18,38	60	901
1,020	0,62	3	30,6	1,558	20,65	65	1013
1,026	0,84	4	41,6	1,615	23,05	70	1130
1,033	1,05	5	51,7	1,674	25,60	75	1256
1,040	1,27	6	62,4	1,732	28,26	80	1386
1,047	1,49	7	73,3	1,784	30,92	85	1517
1,054	1,72	8	84,3	1,820	33,40	90	1638
1,061	1,95	9	95,5	1,825	33,86	91	1661
1,068	2,18	10	106,8	1,829	34,32	92	1683
1,105	3,38	15	165,7	1,833	34,76	93	1705
1,142	4,66	20	228,5	1,836	35,20	94	1726
1,182	6,02	25	295,4	1,839	35,62	95	1746
1,222	7,48	30	367	1,841	36,03	96	1767
1,264	9,02	35	442	1,841	36,42	97	1786
1,306	10,66	40	523	1,841	36,79	98	1804
1,351	12,40	45	608	1,839	37,13	99	1821
1,399	14,26	50	700	1,838	37,40	100	1834

**TRANSFORMAÇÃO DE MILIGRAMAS POR CEM GRAMAS
EM MILIEQUIVALENTES POR CENTO**

COMPOSTO ACHADO		MULTIPLICAR por	PARA OBTER
N ₂ O ₅	mg/100 g	0,01852	NO ₃ ⁻ mE/100 g
Cl	"	0,02817	Cl ⁻ "
NaCl	"	0,0171	Cl ⁻ "
SO ₃	"	0,0250	SO ₄ ⁻⁻ "
SO ₄ ⁻⁻	"	0,02082	SO "
CO ₂	"	0,02273	CO ₃ H ⁻ "
CO ₂	"	0,04545	CO ₃ ⁻⁻ "
CaCO ₃	"	0,02	CO ₃ ⁻⁻ "
Al ₂ O ₃	"	0,05882	Al ⁺⁺⁺ "
CaO	"	0,03566	Ca ⁺⁺ "
Fe ₂ O ₃	"	0,0376	Fe ⁺⁺⁺ "
MgO	"	0,0496	Mg ⁺⁺ "
Na ₂ O	"	0,03226	Na ⁺ "
K ₂ O	"	0,02124	K ⁺ "
BaSO ₄	"	0,000857	Ba ⁺⁺ "

22562a

MA - EPES

IPEAN

APÊNDICE

MÉTODOS DE ANÁLISES FÍSICA, QUÍMICA
E INSTRUMENTAL DE SOLOS

Método analítico

Teoria

Através de pesquisas realizadas no Laboratório Central do EPFS, foi selecionado o H_2SO_4 $d = 1,47$ para o ataque sulfúrico dos solos, a fim de evitar que o uso de ácidos com concentrações mais elevadas, fôsse originada por efeito de desidratação do ácido silícico presente em solução, a insolubilização de parte do SiO_2 na solução de carbonato de sódio a 5%.

Processamento

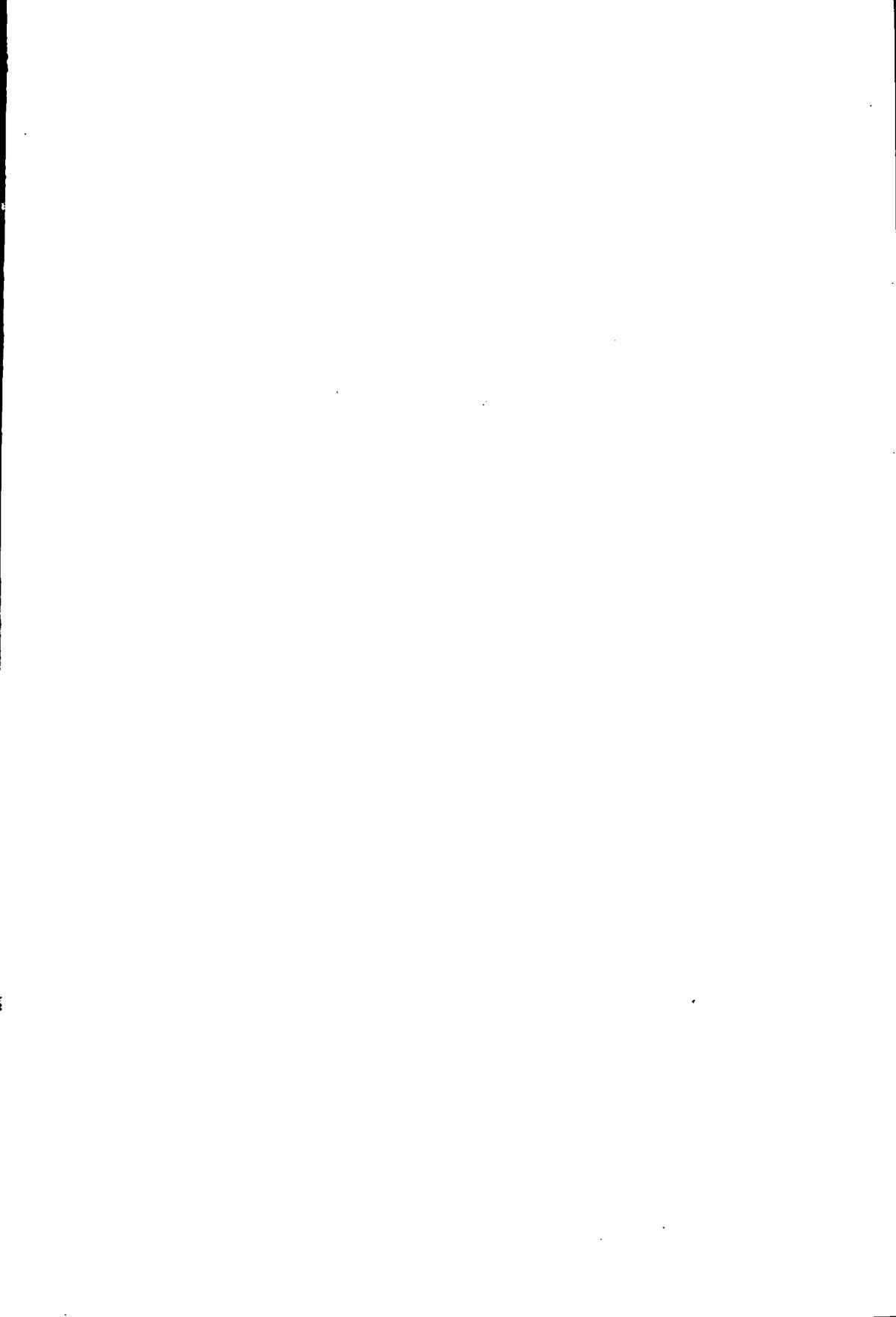
- Pesar $2 \pm 0,001$ g de TFSA e transferir para Erlenmeyer PYREX ou JENA, acoplado com refrigerante de refluxo apropriado.
- Juntar 50 ml de H_2SO_4 $d = 1,47$ e ferver durante uma hora, em chapa elétrica com temperatura controlada.
- Retirar da chapa e deixar esfriar até próximo da temperatura ambiente.
- Juntar em tôrno de 50 ml de água destilada, agitar um pouco. deixar decantar e filtrar em papel próprio.
- Receber o filtrado em balão de vidro de 250 ml,
- Lavar bem o frasco com água acidulada tendo o cuidado de reunir no papel de filtro todo o material insolúvel existente.
- Em seguida deixar resfriar e completar o volume do balão com água destilada. Agitar até homogeneização: Do filtrado serão retiradas alíquotas para dosagem do Al_2O_3 e Fe_2O_3 .
- Transferir com auxílio de 150 ml de Na_2CO_3 a 5% o resíduo insolúvel do papel de filtro, para um frasco Erlenmeyer de vidro especial, de 600 ml de capacidade.

- Deixar com que a suspensão ferva brandamente, durante meia hora.
- Deixar resfriar, juntar 1 ml NaOH a 30% e transferir para balão aferido de 200 ml. Desta solução é retirada alíquota para dosagem do SiO₂.

Preparação de soluções

Carbonato de sódio a 5% — Pesar 500 g de Na₂CO₃ anidro ou 1349,1 g de Na₂CO₃.10H₂O. Dissolver em ± 3.000 ml de água destilada. Completar o volume a 10 litros. No caso de usar o decaidratado certificar-se que não houve eflorescência dos cristais, a fim de não usar soluções mais concentradas de carbonato de sódio.

Ácido Sulfúrico d = 1,47 — Medir numa proveta graduada 1000 ml de H₂SO₄ d = 1,84, 98-99% em pêso, e adicionar lentamente a 1.130 ml de água destilada. Durante a adição do ácido à água, promover agitação lenta do frasco onde está ocorrendo a mistura, bem como resfriar o referido frasco, a fim de que seja absorvida, a grande quantidade de calor liberada. Resfriar e checar a densidade com o densímetro. Corrigir a densidade com ácido ou água conforme o caso.



O PRESENTE TRABALHO RECEBEU O APÓIO FINANCEIRO DA SUPERINTENDENCIA DO DESENVOLVIMENTO DA AMAZÔNIA (SUDAM)

GRÁFICA FALANGOLA EDITORA LTDA.
Rua Osvaldo Cruz, 73
BELÉM - PARÁ