

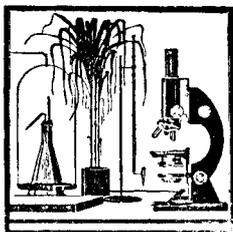
MINISTÉRIO DA AGRICULTURA
CENTRO NACIONAL DE ENSINO E PESQUISAS AGRONÔMICAS

BIBLIOTECA

BOLETIM
DO
INSTITUTO DE QUÍMICA AGRÍCOLA
N. 18

SÔBRE A DETERMINAÇÃO DA SILICA EM SOLOS

LEANDRO VETTORI
e
TASSO PAES DE FIGUEIREDO



FOL 3186
1950
FL-PP-14.00157

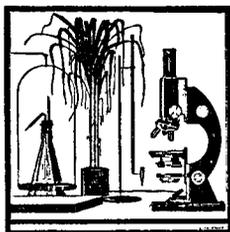
RIO DE JANEIRO
1 9 5 0

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA
CENTRO NACIONAL DE ENSINO E PESQUISAS AGRONÔMICAS

BOLETIM
DO
INSTITUTO DE QUÍMICA AGRÍCOLA
N. 18

SÔBRE A DETERMINAÇÃO DA SILICA EM SOLOS

LEANDRO VETTORI
e
TASSO PAES DE FIGUEIREDO



RIO DE JANEIRO
1 9 5 0

PUBLICAÇÕES DO INSTITUTO DE QUÍMICA AGRÍCOLA

MEMÓRIAS

- N. 1 — LUIZ FARIA — Acêrca da fiscalização e defesa comercial da manteiga.
- N. 2 — LUIZ GURGEL e TAYGOARA FLEURY DE AMORIM — Óleo de pau marfim (*Agonandra brasiliensis*, Miers.).
Dr. MARIO SARAIVA — Matéria gorda do murumuru (*Astrocaryum murumuru*, Mart.).
LUIZ GURGEL e FERNANDO RAMOS — Óleo de andá-açu (*Johannesia princeps*, Vell.).
- N. 3 — LUIZ GURGEL — Primeira Contribuição para o Estudo do Mate.
- N. 4 — LUIZ GURGEL — Segunda Contribuição para o Estudo do Mate.
- N. 5 — Drs. MARIO SARAIVA, ADEMAR LOPES DA CRUZ e CARLOS DEL NEGRO — Contribuição para o estudo dos métodos de Mitscherlich, Wiessmann e Neubauer.
- N. 6 — Contribuição para o estudo da região ervateira.

BOLETINS

- N. 1 — CARLOS DEL NEGRO — Instruções para Coleta de Amostras de Solo.
- N. 2 — CARLOS DEL NEGRO — Investigação Mineralógica dos Solos.
- N. 3 — CARLOS DEL NEGRO e LEANDRO VETTORI — Análise Espectrográfica Quantitativa pelo Método da Chama.
- N. 4 — LUIZ GURGEL — Caracteres microscópicos da farinha de “macambira” (*Encholirion spectabile*, Mart.).
- N. 5 — LUIZ GURGAL — Avaliação das percentagens dos componentes de farinhas mistas.
- N. 6 — LUIZ GURGEL — Nova técnica para o estudo das estrias epicuticulares de variedades do mate e seus adulterantes.
- N. 7 — LEANDRO VETTORI — Determinação da necessidade de cal dos solos.
ADALGISO GALLOTTI KEHRIG — Doseamento do cálcio em solos.
- N. 8 — OSCAR RIBEIRO, ANTENOR MACHADO e MARIA EMILIA SETTE — Estudo dos alcalóides do *Hybanthus biggibosus* Haffler.

- OSCAR RIBEIRO e ANTENOR MACHADO — Estudo do componente ativo do *Piper jaborandy* Velloso.
- N. 9 — OSCAR RIBEIRO e WALTER B. MORS — Estudo químico da mucilagem das estípulas da Imbaúba *Cecropia adenopus* Mart.
- N. 10 — OSCAR RIBEIRO e WALTER B. MORS — Determinação de alcalóides totais e quinina em pequenas amostras de casca de Cinchona.
- N. 11 — Seção de Solos — Método de Análise de solos.
- N. 12 — ADALGISO GALLOTTI KEHRIG e HILDA ALMEIDA DE AGUIAR — Determinação de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal do solo.
- N. 13 — ADALGISO GALLOTTI KEHRIG e HILDA ALMEIDA DE AGUIAR — As relações Ki e Kr no solo.
- N. 14 — OSCAR RIBEIRO, ANTENOR MACHADO e MARIA EMILIA SETTE — Ocorrência do Ácido Orto-Ftálico no Melão de São Caetano (*Momordica Charantea*, L.).
- N. 15 — OSCAR RIBEIRO e WALTER B. MORS — Ácido Quiodectônico. Contribuição para o estudo de sua estrutura.
- N. 16 — OSCAR RIBEIRO e ANTENOR MACHADO — Ocorrência de um alcaloide no Capim Gengibre.
OSCAR RIBEIRO e ANTENOR MACHADO — O alcaloide da Fruta de Lobo.
- N. 17 — JOSÉ ALMEIDA DA SILVA — Determinação do pH ótimo para o desenvolvimento dos degradadores da celulose em meios de laboratório — Determinação do pH ótimo ao desenvolvimento dos germens nitrificantes dos solos em meios de laboratório.

O presente estudo constitue mais uma contribuição de interesse dos pedologistas.

Quem quer que tenha trabalhado em análise de solos ou de rochas, sabe a dificuldade que oferece o doseamento da sílica.

O presente trabalho compara os métodos, estuda as causas de erro e sugere o método de análise mais recomendavel.

I.Q.A., Dezembro de 1950.

TAYGOARA FLEURY DE AMORIM
Diretor.

SÔBRE A DETERMINAÇÃO DE SiO_2 EM SOLOS

LEANDRO VETTORI e TASSO PAES DE FIGUEIREDO

Instituto de Química Agrícola

INTRODUÇÃO

De grande importância para o conhecimento do solo é a determinação, nos diversos horizontes, do seu teor em sílica que nêle pode existir quer em estado livre (quartzo, calcedônia e opala) quer combinado sob a forma de silicatos, primários ou secundários.

Sob o ponto de vista pedológico é menos importante a determinação da sílica total, isto é, aquela que se obtém por fusão da amostra com carbonatos alcalinos, do que a sílica proveniente dos silicatos secundários pois esta nos permite, quando relacionada ao teor de alumina ou de sexquióxidos avaliar a alteração sofrida pelos minerais primários, mostrando, em última análise, se houve ou não fuga de sílica. Esta constatação é muito importante pois nos leva a saber se estamos diante de solos sialíticos ou alíticos, solos êsses de comportamento e propriedades agrícolas bem diferentes.

Para êsse tipo de determinação os pedologistas, hoje em dia, recomendam atacar a amostra de solo por ácidos fortes, dosar R_2O_3 na solução e extrair a sílica do resíduo do ataque por meio de soluto alcalino. Os ácidos mais usados para êsse fim são o clorídrico e o sulfúrico em concentrações variáveis de acôrdo com cada autor; o que não deixa mais dúvida, entretanto, é que com o ácido sulfúrico se obtém um ataque praticamente total do material atacável, enquanto que o ácido clorídrico efetua apenas um ataque parcial, o que leva alguns autores a concluir que essa diferença é devido a existência de determinados minerais no solo que são atacados somente pelo ácido sulfúrico concentrado.

Cremos entretanto que, na maioria dos casos, essa diferença de resultados não decorre tão somente de ataques totais de diferentes minerais existentes no solo pois é comum um mesmo mineral ser passível de ataque parcial pelo ácido clorídrico e ser totalmente atacado pelo ácido sulfúrico. A favor desta última asserção vem o exemplo típico da caolinita que, segundo diferentes autores é considerada desde "*parcialmente atacável por ácido clorídrico*" até "*insolúvel nos ácidos*"; e a caolinita é um dos constituintes do solo mais comuns e estudados!

De posse dos teores de sílica e alumina determinamos o coeficiente ki , proposto por HARRASSOWITZ, que representa a relação molecular entre as percentagens de sílica e alumina, calculado pela fórmula seguinte:

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

Este índice, que reputamos de grande importância, indica o estado do solo com relação à constituição de seus minerais secundários, permitindo-nos classificá-lo em um dos dois grandes grupos: sialítico ou alítico, já que é superior a 2 no primeiro caso, entre 1 e 2 nas argilas lateríticas e abaixo de 1 nos estados de laterização adiantada.

O presente trabalho consta somente de observações de laboratório relativas à determinação de sílica e alumina resultantes de ataque sulfúrico e posterior cálculo do respectivo ki . Essas observações decorreram da necessidade de se estudar a causa da obtenção de baixíssimos valores de ki quando a amostra era analisada pelo método internacional (modificado); casos houve em que os resultados da sílica proveniente do ataque sulfúrico eram erroneamente quase igual a zero, o que levava muitas vezes o pedologista a conclusões diametralmente opostas à verdade!

O MÉTODO DO I.Q.A. COMPARADO COM O INTERNACIONAL

Descrevemos a seguir os dois primeiros métodos de análise empregados nas nossas observações, esclarecendo que o primeiro, tal como está escrito, não é rigorosamente o método Internacional,

mas uma sua modificação, em uso no Instituto de Química Agrícola na época em que os autores nêle ingressaram, isto é, em 1934.

MÉTODO INTERNACIONAL (modificado). Dosagem de SiO_2

Ataque clorídrico: Tratar 25 g de terra fina sêca ao ar por 250 ml de HCl a 20 % e levar à ebulição durante uma hora, usando refrigerante de refluxo. Retirar do fogo, juntar 150 ml d'água e filtrar em filtro de BUCHNER, previamente tarado, usando a trompa. Lavar o resíduo com HCl a 5 % até filtrar límpido e depois mais três vêzes com água quente. Secar o resíduo a 100° em estufa, triturar em gral e pesar. Concentrar o filtrado em cápsula de porcelana em banho de ar, levando o volume a 250 ml. Esta solução constitui o *extrato clorídrico*.

SiO_2 do ataque clorídrico: Pesar 3 g do resíduo do ataque clorídrico, juntar 50 ml de Na_2CO_3 a 5 %, aquecer em banho-maria durante 10 a 15 minutos, juntando a seguir 50 ml d'água. Filtrar e lavar bem com água quente. Concentrar o filtrado em cápsula, passar para erlenmeyer e tratar por 20-25 ml de H_2SO_4 conc. aquecendo até fumaças brancas. Resfriar, juntar 100 ml de água e filtrar, lavando bem o resíduo de SiO_2 . Secar, calcinar e pesar. Obtem-se assim a *SiO_2 do ataque clorídrico*.

Ataque sulfúrico: Arrastar com água o resíduo do tratamento com o Na_2CO_3 que ficou no filtro, furando o papel, para caçarola de porcelana, concentrar até cerca de 50 ml e tratar por 20 ml de H_2SO_4 conc., aquecendo até fumaças brancas. Resfriar, juntar 100 ml de água e 3 ml de HCl, aquecer à ebulição e filtrar, lavando bem o resíduo com água quente. O filtrado depois de completado a 250 ml constitui o *extrato sulfúrico*.

SiO_2 do ataque sulfúrico: Arrastar com 50 ml de Na_2CO_3 a 5 % o resíduo do ataque pelo H_2SO_4 , furando

o papel de filtro e aquecer em banho-maria 10-15 minutos. Juntar 50 ml de água, filtrar e lavar repetidamente com água quente. Recolhido o filtrado, juntar 20-25 ml de H_2SO_4 conc. aquecendo até fumaças brancas. Resfriar, juntar 100 ml de água e filtrar, lavando bem o resíduo de SiO_2 . Obtem-se assim a *SiO₂ do ataque sulfúrico*.

SiO₂ do extrato clorídrico: Pipetar 20 ml do *extrato clorídrico* e tratar com 10 ml de HNO_3 a 50 % em erlenmeyer e aquecer a fogo direto. Reduzido o volume, passar o conteúdo para cápsula de porcelana, levando a seco duas vezes com HCl a 20 %, em banho-maria. Levar à estufa a 100-110°, juntar 10 ml de HCl a 20 %, deixar em banho-maria por 15 minutos e filtrar a quente. Lavar com HCl a 2 % quente, e depois com água quente. Secar, calcinar e pesar a SiO_2 . Obtem-se assim a *SiO₂ do extrato clorídrico*.

Como simplificação natural da marcha de análise tentamos o ataque sulfúrico da amostra integral, em vez de fazê-lo no resíduo insolúvel em ácido clorídrico. Assim, foi feito o ataque sulfúrico de acôrdo com o método Internacional (modificado), tratando 3 g de terra fina com 50 ml de água e 20 ml de H_2SO_4 concentrado em caçarola de porcelana a fogo direto e, posteriormente, em becher cilíndrico, até fumaças brancas abundantes. No filtrado era dosada a alumina e no resíduo extraída a sílica com Na_2CO_3 a 5 %. Tendo o cuidado de trabalharmos sempre em duplicata e por vezes em triplicata, ficamos surpreendidos, com a grande disparidade dos valores de sílica em uma mesma amostra, apesar de permanecerem semelhantes os de alumina. Amostras houve, em que encontramos valores de sílica inferiores a 1 % apesar de serem perto de 25 % os verdadeiros teores. Assim, fomos obrigados a fazer diversas experiências para verificar a causa da inconstância dos resultados e observamos que, atacando a amostra com H_2SO_4 diluído, os resultados iam ficando mais constantes e mais elevados, se trabalhassemos sob refluxo a fim de evitar a concentração do ácido sulfúrico. Das diversas soluções usadas para o ataque, a que melhor resultado deu foi a de ácido sulfúrico de peso específico igual a 1,47. Dessas expe-

riências resultou o método de ataque sulfúrico atualmente em uso no Instituto de Química Agrícola e transcrito a seguir:

MÉTODO DO INSTITUTO DE QUÍMICA AGRÍCOLA.

I) *Ataque da amostra:* Colocar 2 g de terra fina em erlenmeyer de 500 ml, provido de refrigerante de refluxo esmerilhado, com 50 ml de H_2SO_4 , $D = 1.47$. Ferver brandamente durante 1 hora. Diluir ligeiramente e filtrar para balão aferido de 250 ml, lavando com HCl a 1 %.

II) *Determinação de sílica:*

A) Dissolução em carbonato de sódio a 5 %.

Passar o resíduo do ataque da amostra para balão de 100 ml por meio da solução de Na_2CO_3 a 5 % e completar o volume com essa mesma solução. Mergulhar o balão em banho-maria durante uma hora, tendo o cuidado de agitar frequentemente o líquido com bastão de vidro. Resfriar, completar o volume e filtrar (A). Pipetar 15 ml para balão aferido de 500 ml (X), completar o volume com água destilada isenta de CO_2 .

B) Processo colorimétrico.

Medir 5 ml da solução (X), passar para balão aferido de 100 ml e acidificar com 10 ml de H_2SO_4 1.1 N. Diluir a mais ou menos 70 ml. Adicionar 3 ml de solução de molibdato de amônio a 6.66 % que produzirá coloração amarela pela formação de sílico-molibdato de amônio. Alguns minutos depois juntar 3 ml da solução de hidroquinona a 3 %, completar o volume e homogenizar. O líquido toma coloração azul, cuja intensidade se mede no colorímetro fotoelétrico "Lumetron" empregando o filtro vermelho 650, em comparação com padrões tratados em idênticas condições.

De solução de silicato de sódio equivalente a 0.15 % de SiO_2 , pipetar 2 ml para balão aferido de 100 ml e completar o volume. Os padrões são preparados a partir

dessa solução, pipetando-se 5-10-15-20 e 25 ml para balões aferidos de 100 ml e completando os volumes com água destilada.

Construir com os padrões a curva experimental e interpolar gráficamente os dados obtidos com as amostras.

Soluções usadas:

a) Solução padrão: Dissolver silicato de sódio em solução de carbonato de sódio a 5 %. Determinar o título gravimetricamente ajustando-o de modo a ter 1.5 g de SiO_2 por 1000 ml.

b) Ácido sulfúrico $\pm 1.1 \text{ N}$: Diluir 30 ml de H_2SO_4 $D = 1.84$ a 1000 ml.

c) Solução de molibdato de amônio a 6.66 %.

d) Solução recém-preparada de hidroquinona a 3 %, acidulada por 2 gotas de ácido sulfúrico concentrado.

C) Processo gravimétrico.

Pipetar 50 ml da solução A para becher de 250-300 ml juntar com cuidado 25 ml de H_2SO_4 concentrado e aquecer até fumaças brancas em banho de areia ou chapa elétrica. Neste final adicionar gotas de HNO_3 concentrado para descorar o precipitado, se necessário fôr. Diluir então com 100 ml de água, filtrar em papel de filtro de poros abertos e lavar bem com água fria. A seguir secar em estufa, depois calcinar na mufla durante 1 $\frac{1}{2}$ horas a 1000°C e finalmente pesar.

III) *Determinação de alumina:*

Colocar 50 ml do filtrado em balão aferido de 100 ml, adicionar uma gota de fenolftaleína e NaOH a 20 % até coloração rósea; acrescentar mais 3 ml dessa base. Levar o volume a $\pm 100 \text{ ml}$ e manter o líquido em banho-maria durante $\frac{1}{2}$ hora. Resfriar, completar o volume e, após filtração, pipetar 25 ml para becher de 250-300 ml. Neutralizar a solução com HCl a 10 % e

redissolver o precipitado que se formar, evitando excesso de ácido. Diluir com água aproximadamente a 100 ml, aquecer a 80° C, adicionar solução hidroacética de oxiquinoleína a 1.4 % (de 5 a 15 ml), acetato de amônio 2 N, até permanente precipitação e mais 40 ml dessa solução. O líquido sobrenadante deve ficar amarelo; em caso contrário adicionar mais 5 ml de oxiquinoleína prosseguindo com as adições até obter a coloração amarela. Depois de repôso de uma hora, sem aquecimento, filtrar em cadinho tarado, lavar o precipitado com água fria, secar 1 hora a 130° C. e pesar. Solução usada: solução hidroacética de oxiquinoleína preparada pela dissolução de 1,4 g de oxiquinoleína em 3.5 ml de ácido acético glacial e completar o volume com água a 100 ml.

Apresentamos, a seguir, uma tabela com resultados de sílica, alumina e respectivos *ki*, obtidos pelos dois métodos acima descritos:

TABELA I

AMOSTRAS	MÉTODO INTERNACIONAL			MÉTODO DO I. Q. A.		
	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	ki	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	ki
16.040	6.77	21.82	0.5	16.92	22.77	1.3
16.041	4.26	27.25	0.3	18.47	26.92	1.2
16.042	4.20	24.98	0.3	14.61	24.44	1.0
16.051	7.03	9.58	1.2	13.59	10.38	2.2
16.245	1.66	16.91	0.2	24.14	17.53	2.3
16.246	1.60	15.13	0.2	22.47	16.15	2.4
16.248	4.09	14.23	0.5	21.68	13.76	2.7
16.251	4.66	25.01	0.3	15.99	24.25	1.1
16.254	9.42	23.70	0.7	23.28	23.92	1.7
16.260	5.20	27.30	0.3	24.35	27.26	1.5
16.263	9.59	20.80	0.8	24.26	21.50	1.9
16.271	6.60	11.61	1.0	9.37	11.12	1.4
16.280	6.05	29.12	0.4	13.25	29.69	0.8
16.284	4.95	19.99	0.4	22.32	19.43	2.0
16.330	9.01	15.70	1.0	18.69	15.84	2.0
16.333	9.86	19.56	0.9	28.22	20.22	2.4
16.338	4.72	18.74	0.4	19.44	17.78	1.9
16.341	3.91	16.60	0.4	17.97	16.01	1.9
16.342	8.46	14.43	1.0	17.72	14.71	2.0
16.343	9.94	15.20	1.1	18.53	15.40	2.0

Uma simples observação da Tabela I nos mostra as grandes diferenças, para menos, dos valores de SiO_2 obtidos pelo Método Internacional (modificado), apesar de se manterem praticamente semelhantes, nos dois métodos, os teores de alumina. A solubilização de igual quantidade de Al_2O_3 evidencia com segurança, que o ataque sulfúrico foi análogo em ambos os casos, havendo discrepância tão somente na solubilização da sílica pelo soluto de carbonato; esta desigualdade parece decorrer, principalmente, da alta temperatura a que a mesma fica sujeita, pois, o aquecimento a fogo direto chega quase a provocar a fervura do ácido sulfúrico, com conseqüente desidratação da sílica, a ponto de dificultar sua posterior solubilização pelo carbonato de sódio a 5 %. Soluções de silicato de sódio fervidas demoradamente com H_2SO_4 concentrado chegaram a ponto de fornecer sílica gelatinosa *completamente insolúvel* em Na_2CO_3 a 5 %!

COMPARAÇÃO ENTRE OS MÉTODOS DO I.Q.A. E I.A.C.

Das observações feitas, é evidente que existem dois pontos de grande importância quando pretendemos atacar a terra com ácido sulfúrico, que são: 1) a concentração e a temperatura do ácido e 2) a solubilização da sílica pelo soluto alcalino.

Sendo o método de ataque sulfúrico do Instituto Agronômico de Campinas muito divulgado e bem diferente, nos dois pontos primordiais acima referidos, do método empregado neste Instituto, impunha-se uma comparação entre os mesmos.

Antes de apresentarmos os resultados obtidos, descreveremos o método do I.A.C. por nós empregado, esclarecendo que as modificações introduzidas de maneira alguma puderam influir no resultado final, já que as partes essenciais, isto é, o ataque sulfúrico propriamente dito e a solubilização da sílica pelo soluto alcalino, foram mantidas na íntegra. Cumpre-nos também informar que as alterações tiveram somente a finalidade de encurtar o tempo de análise que foi adaptada, nas partes não essenciais, aos nossos métodos de rotina.

MÉTODO DO INSTITUTO AGRONÔMICO DE CAMPINAS:

Pesar 1 g de terra em cápsula de porcelana pequena e rasa. Juntar 5 ml de H_2SO_4 (D = 1.84) e colocar em

banho de areia aquecido. Quando o material estiver aparentemente sêco juntar outros 5 ml de H_2SO_4 concentrado e levar novamente a secura no banho de areia. Depois de retirado do banho, e frio, juntar ao material atacado 10 ml de HCl ($D = 1.19$) e deixar no banho de areia, a fogo brando, até que seque completamente. Uma vez sêco, adicionar 30 ml de HCl (1:9) e aquecer em bico até fervura, que deve ser mantida por um minuto. Filtrar através de filtro livre de cinzas, recebendo o filtrado em balão aferido de 200 ml, tendo o cuidado de passar todo o material insolúvel para o filtro, que deverá ser bem lavado. Completar o volume do balão aferido com água destilada, destinar a parte retida no filtro para a dosagem da sílica e o filtrado (A) para a determinação do R_2O_3 .

Determinação da Sílica: Transferir o resíduo do papel de filtro para becher cilíndrico, Pyrex, de 200 ml, com 50 ml de solução de carbonato de sódio a 5 % e 5 ml de NaOH a 4 %. Aquecer durante 2 horas em chapa elétrica regulada para início de fervura, tendo o cuidado de manter o volume constante por adição de água destilada. Retirar da chapa, esfriar ligeiramente e filtrar para becher cilíndrico de 400 ml lavando fartamente; juntar ao filtrado, com cuidado, 25 ml de H_2SO_4 concentrado e aquecer em banho de areia até fumaças brancas. Neste final, adicionar gotas de HNO_3 concentrado para descorar o precipitado, se necessário fôr. Retirar do banho, resfriar e diluir com ± 100 ml de água; filtrar em papel de filtro de poros abertos (W.41) e lavar com água fria até que as águas de lavagem não deem mais reação de sulfato. A seguir secar em estufa, depois calcinar na mufla durante 1 ½ horas a $1000^\circ C$ e pesar.

Determinação da Alumina: No filtrado A, determinar gravimetricamente a alumina, pelo método do Instituto de Química Agrícola.

A seguir, apresentamos a Tabela II, onde estão consignados os resultados de sílica, alumina e *ki* obtidos por ambos os métodos, do I.Q.A. e I.A.C., cumprindo-nos esclarecer que os resultados do primeiro foram extraídos da Memória n.º 6, do I.Q.A., intitulada “Contribuição para o estudo da região ervateira”.

TABELA II

AMOSTRAS	MÉTODO DO I. Q. A.			MÉTODO DO I. A. C.		
	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	ki	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	ki
16.040	16.92	22.77	1.3	17.51 17.82	21.81 21.96	1.4 1.4
16.041	18.47	26.92	1.2	17.79 17.13	27.65 28.91	1.1 1.0
16.042	14.61	24.44	1.0	16.50 17.07	24.14 24.28	1.2 1.2
16.043	17.54	25.14	1.2	20.65 20.36	24.99 25.40	1.4 1.4
16.044	29.47	28.32	1.8	27.20 28.67	30.85 31.93	1.5 1.5
16.264	23.99	21.33	1.9	22.48 22.16	23.68 23.53	1.6 1.6
16.265	21.25	22.10	1.6	22.33 22.38	24.84 23.07	1.5 1.7
16.267	27.31	21.39	2.2	29.90 28.40	25.35 24.98	2.0 1.9
16.268	24.28	21.17	2.0	32.22 31.82	25.49 23.70	2.2 2.3
18.452	17.02	31.07	0.9	18.18 17.02	30.28 29.99	1.0 1.0
18.454	19.13	28.86	1.1	20.08 17.15	28.70 28.54	1.2 1.0
18.470	20.02	27.10	1.3	24.54 25.78	27.66 27.44	1.5 1.6
18.471	20.13	27.35	1.3	25.98 26.20	28.92 28.29	1.6 1.6
18.472	22.42	27.21	1.4	24.52 23.65	28.12 27.49	1.5 1.5
18.483	13.28	12.31	1.8	16.97 18.21	11.24 11.42	2.6 2.7
18.484	21.02	18.56	1.9	31.74 30.90	18.74 18.84	2.9 2.8
MÉDIAS.	20.43	24.13	1.44	22.92	25.05	1.56

Examinando a tabela II chega-se às seguintes conclusões:

- 1) os valores de alumina são razoavelmente concordantes;
- 2) excluindo as amostras 18.483 e 18.484, os teores de sílica são, geralmente, um pouco superiores quando determinados pelo método do I. A. C.
- 3) Com exceção das duas últimas amostras, os *ki* não se afastam mais de 0.3 em ambos os métodos, tornando-os, assim, comparáveis.

A 2.^a conclusão, em geral, e em particular os resultados das amostras 18.483 e 18.484, levaram os autores a realizar novas experiências com relação à solubilização da sílica pelo carbonato de sódio, já que o ataque propriamente dito foi praticamente igual em ambos os métodos, como pode ser verificado pelos teores de alumina. Realmente, os meios empregados para solubilizar a sílica com soluto alcalino divergem em três pontos importantes: a alcalinidade, a temperatura e o tempo, uma vez que no Instituto de Química Agrícola a solubilização é feita com “soluto de Na_2CO_3 a 5 % em banho-maria, durante uma hora” e no Instituto Agrônômico de Campinas a mesma operação é realizada com “soluto de Na_2CO_3 a 5 % + 5 ml de NaOH a 4 %, à temperatura de ebulição durante 2 horas”.

Em vista do exposto, resolvemos tentar a solubilização com o soluto de Na_2CO_3 a 5 %, sem hidróxido de sódio, porém à temperatura de ebulição, o que foi feito sob refluxo durante 1 hora, a exemplo do que está sendo feito atualmente na Seção de Solos do I.Q.A. O refluxo tem a grande vantagem de permitir uma agitação permanente sem perigo de perda por projeção e sem modificar a concentração da solução de carbonato.

Pelo processo acima descrito analisamos, em duplicata, a amostra 18.484 e obtivemos os seguintes resultados:

SiO_2	:	31.27	e	30.70
Al_2O_3	:	19.70	e	19.40
<i>ki</i>	:	2.7	e	2.7

Êsses resultados são perfeitamente concordantes com os obtidos pelo método do Instituto Agrônômico de Campinas.

CONCLUSÃO

De acôrdo com os resultados apresentados, alguns pontos podem ser postos em evidência:

1) de um modo geral, não há necessidade de atacar a terra com ácido sulfúrico concentrado, bastando apenas que seja de densidade 1.47;

2) há tôda conveniência em que se solubilize a sílica com soluto alcalino, à fervura, sob refluxo;

3) não há necessidade evidente dêsse soluto ser mais alcalino do que uma solução de Na_2CO_3 a 5 %; parece-nos demais a adição de 5 ml de NaOH a 4 %;

4) o tempo de fervura com o soluto alcalino deverá ser reduzido ao mínimo, a fim de evitar extração de sílica do vidro.

Concluindo, os autores sugerem que se opte por um método único de “ataque sulfúrico”, rápido e preciso, capaz de ser adotado em todo o país, depois que os interessados no assunto realizem experiências no sentido de uniformizar os vários métodos existentes.

BIBLIOGRAFIA

- 1) MEMÓRIA N.º 6 DO I.Q.A. 1944 — “Contribuição para o estudo da região ervateira”.
- 2) E. ARTINI — “I Minerali”.
- 3) EDWARD SALISBURY DANA — “A Testbook of Mineralogy”.
- 4) ALEXANDRE N. WINCHELL — “Elements of Optical Mineralogy”.
- 5) J. E. DE PAIVA NETTO — “A fração argila dos solos do Estado de S. Paulo e seu estudo roentnográfico”.
- 6) HENRI ERHART — “Traité de Pédologie”.