

Boletim Técnico nº 55



EMBRAPA

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Vinculada ao Ministério da Agricultura

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E
CONSERVAÇÃO DE SOLOS

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIO

Rio de Janeiro

1976

PEDE-SE PERMUTA
NOUS DEMANDONS L'ÉCHANGE
PLEASE EXCHANGE

Endereço: Serviço Nacional de Levantamento e
Conservação de Solos - EMBRAPA
Rua Jardim Botânico, 1024 ZC-20
20.000 - Rio de Janeiro, RJ
Brasil

Boletim Técnico nº 55



EMBRAPA

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Vinculada ao Ministério da Agricultura

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E
CONSERVAÇÃO DE SOLOS

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIO

Rio de Janeiro

1976

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIO

Engenheiros Agrônomos

Raphael Minotti Bloise

Gisa Nara Castellini Moreira

INTRODUÇÃO

A Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, atual Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, publicou em 1969 o Boletim Técnico nº 7, sob o título "Métodos de Análise de Solo", em que era especificada a metodologia a dotada pelos laboratórios da então EPFS.

O presente Boletim Técnico acrescenta àquela metodologia as modificações havidas posteriormente no tocante à análise de solos, e inclui os métodos adotados para a análise de calcário.

De outro lado, tem este trabalho o objetivo principal de proporcionar a todos os técnicos envolvidos na execução de análises de solos e calcário as mais completas informações sobre metodologia em uso nos laboratórios do SNLCS, aqui descrita com os maiores detalhes, embora de forma simples, de fácil e rápida compreensão, tanto quanto ao método em si como quanto aos cálculos matemáticos nele utilizados.

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

Quando uma análise de solo é solicitada ao Laboratório do SNLCS, são normalmente fornecidos os seguintes dados:

1. Textura (determinação expedita)
2. pH em água
3. Cálcio + Magnésio trocáveis
4. Alumínio trocável
5. Fósforo assimilável
6. Potássio trocável
7. Calcário a ser aplicado (quando necessário)
8. Adubação adequada

Porém, em se tratando de amostras provenientes dos Levantamentos de Solos deste Serviço, ou quando o interessado os solicita, são fornecidos ainda os seguintes dados, considerados adicionais:

9. Hidrogênio trocável + Alumínio trocável
10. Sódio trocável
11. Cálcio trocável
12. Magnésio trocável
13. Soma das bases trocáveis (Valor S)
14. Capacidade de troca de cátions (Valor T)
15. Índice de saturação em bases (Valor V)
16. Índice de saturação em Al^{+++}

Nas análises de calcários, os dados fornecidos são:

1. $CaCO_3$ ou CaO
2. $MgCO_3$ ou MgO
3. Resíduo insolúvel e não dosado
4. Granulometria
5. PRNT
6. Interpretação dos resultados

A N Á L I S E D E S O L O S

ENTRADA DE AMOSTRAS DE SOLOS

O técnico encarregado da recepção deve, obrigatoriamente, verificar os dados constantes na embalagem da amostra:

- a) Nome do remetente
- b) Procedência (estado, município, propriedade, ou Projeto e Instituição)
- c) Identificação da amostra (nº ou marca)
- d) Cultura a ser feita ou adubada

Preencherá então um protocolo em que conste além desses dados, o total de amostras que compõem a remessa. Es se protocolo será encaminhado, juntamente com o interessado ou portador das amostras, ao Setor Administrativo, para quitação da importância devida, no caso de as análises serem solicitadas por particulares ou firmas. Se as análises destinam-se a Levantamentos de Solos do próprio SNLCS, tal protocolo seguirá ao mesmo Setor para simples registro. Em casos de pedidos de isenção ou de pesquisas de outros órgãos oficiais, será necessário o visto do Sr. Chefe do SNLCS.

PREPARO DAS AMOSTRAS DE SOLO

As amostras seguem então para a sala de preparo, on de são registradas em livro especial, recebem o nº de Laboraatório e passam à secagem em estufa com circulação de ar forçada, à temperatura de 40°C.

São após destorroadas, com rolo de madeira sobre sola grossa, cujo forro é mudado a cada amostra. Esse forro, por medida de economia, é constituído por folhas de jornal. Passa-se então a amostra por peneira nº 10 (abertura de 2 mm), obtendo-se a terra fina seca ao ar - TFSA - que é

colocada nas caixinhas apropriadas. Estará a amostra de solo preparada para todas as determinações.

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS

1. Textura (determinação expedita)

É avaliada através do tato, ao esfregar um pouco de solo úmido entre os dedos. É importantíssimo homogeneizar bem a massa de solo umedecido, prestando toda atenção às variações de sensação. Quando esta se mantém idêntica após seguidas manipulações, procura-se avaliar as percentagens prováveis dos componentes do solo estudado. É um trabalho que exige grande perícia do técnico, uma vez que, é praticamente impossível encontrar solos com uma só fração granulométrica. Se isso fosse possível, as sensações seriam as seguintes:

areia = atrito

silte = sedosidade

argila = plasticidade e pegajosidade

Com auxílio do Triângulo Americano, modificado para incluir a classe de argila pesada, procura-se então a classe textural correspondente às percentagens estimadas de cada uma das frações granulométricas.

2. pH em água (1:2,5)

Em copinho plástico de \pm 100 ml, colocar 10 ml de TFSA e 25 ml de água destilada ou deionizada. Agitar com bastão de vidro, lavando-o ao passar de uma a outra amostra. Deixar em repouso por uma hora ou mais.

O aparelho utilizado é o potenciômetro provido de eletrodos de vidro e calomelano, com capacidade para determinar pH de 0,00 a 14,00. Deve ser calibrado com soluções tampão - padrões - de pH 7,00 e pH 4,00, uma vez que, a maioria dos solos apresenta pH dentro dessa faixa. Esses padrões

são guardados em geladeira, para evitar a formação de fungos no padrão pH 7,00, sendo necessário retirá-los do refrigerador a tempo suficiente (pelo menos 1 hora) para que sua temperatura se iguale à da mistura água + solo dos copinhos.

Costuma-se manter, ao lado do potenciômetro, um termômetro mergulhado em um copinho com água, a fim de regular o aparelho na temperatura das soluções antes de qualquer calibração.

As operações acima descritas são feitas na seguinte ordem:

- 1º Retirar os padrões do refrigerador, colocando-os ao lado do potenciômetro.
- 2º Colocar a água nos copinhos, que já deverão conter a terra, e agitar.
- 3º Ligar o potenciômetro, pelo menos 30 minutos antes do início das determinações.
- 4º Verificar a temperatura no termômetro mergulhado na água e regular o aparelho para trabalhar a essa temperatura.
- 5º Calibrar o aparelho no zero e com as soluções tampão - padrão pH 7,00 e padrão pH 4,00. Iniciar imediatamente as determinações, agitando cada amostra com bastão de vidro, como da primeira vez, antes de mergulhar os eletrodos no copinho.

Nota: Não é necessário lavar os eletrodos ao passar de uma amostra a outra, sendo porém indispensável lavá-los cuidadosamente e secá-los com papel de filtro antes e após serem mergulhados em cada um dos padrões.

Após as determinações, lavar os eletrodos e deixá-los em imersão em um copinho com água destilada, onde devem permanecer sempre, mesmo com o aparelho desligado.

3 e 4 . Alumínio e Cálcio + Magnésio trocáveis

O extrator é uma solução $\frac{1}{10}$ normal de KCl:

	peso molecular
K	= 39,100
Cl	= 35,457
	<hr/>

Solução KCl N = 74,557 g/litro

Na prática, toma-se 746 g de KCl, passa-se para balão de 10 litros e completa-se o volume com água destilada.

Ataque:

Em erlenmeyer de 125 ml, coloca-se 10 g de TFSA e 100 ml da solução extratora. Agita-se por 5 minutos em agitador circular horizontal. Não é necessário tampar. Isto é feito à tarde. Ao retirar as baterias do agitador, ter o cuidado de desmanchar os montículos de terra que se formam no centro dos erlenmeyers. Deixa-se repousar durante a noite.

No dia seguinte, sem filtrar, pipetar 2 alíquotas de 25 ml do líquido sobrenadante: uma delas destina-se à determinação do cálcio + magnésio trocáveis e a outra à determinação do alumínio trocável.

3. Determinação do cálcio + magnésio trocáveis

Em uma das alíquotas de 25 ml do extrato de solo, colocar 4 ml de um coquetel de "buffer", cianeto de potássio e trietanolamina. Titular com EDTA (sal dissódico) 0,025 N-normalidade exata - usando Eriochrome Black T como indicador. Após acrescentar o coquetel, colocar pequena quantidade (1/2 pitada ou menos) de ácido L-ascórbico, a fim de descartar possível interferência de manganês na titulação. Viragem do róseo para azul puro.

Nota: O indicador (3 gotas) deve ser colocado imediatamente

antes de começar a titulação; se, ao se aproximar o final desta, esmaecer a cor, colocar mais duas gotas do indicador. A leitura na bureta corresponde ao teor de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$, em mE/100 g.

4. Determinação do alumínio trocável

Na outra alíquota de 25 ml do extrato de solo, colocar 3 gotas de azul bromotimol a 0,1% e titular com NaOH 0,025 N - normalidade exata - protegida contra CO_2 . A leitura na bureta corresponde ao teor de Al^{+++} , em mE/100 g.

Nota: "protegida contra CO_2 " - para isto, antes de iniciar uma série de titulações, abre-se a torneira da bureta, a fim de descartar a porção de NaOH em possível contato com o ar. Torna-se a encher a bureta e inicia-se então a titulação.

Preparo dos reagentes para $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$

Coquetel - para preparar 1 litro, colocar em proveta graduada:

600 ml de solução tampão ("buffer")

300 ml de tritanolamina

100 ml de KCN a 10%

Homogeneizar com bastão de vidro e estocar em frasco tampado.

Solução tampão - para preparar 1 litro, colocar em proveta graduada:

67,5 g de NH_4Cl em 200 ml de água

600 ml de amônia concentrada

0,616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

0,930 g de EDTA (sal dissódico)

Completar a 1 litro com água destilada

Nota: Controlar a neutralidade em relação ao Mg e ao EDTA, do seguinte modo: em erlenmeyer de 125 ml, colocar 3 ml de solução tampão + 30 ml de água destilada. Com 1 gota de -

EDTA 0,025 N deve virar para o azul.

KCN a 10% - Pesar 100 g de KCN p.a., passar para balão de 1 litro e completar o volume

EDTA - Partindo do sal dissódico, fazer estoque da solução 0,05 M PM = 372,252

Solução 1 M = 372,252 g/litro

Solução 0,05 M = X

$X = 0,05 \text{ M} \times 372,252 \text{ g} = 18,6126 \text{ g/litro}$

Solução 0,05 M = 18,6126 g/litro, para uma pureza de 100%

Ver a pureza no rótulo do frasco. Geralmente é de 99% no mínimo, como no caso do EDTA que temos em estoque. Então:

Pureza 100% = 18,6126 g/litro

Pureza 99% = 18,80 g/litro

Corrigir o título usando solução CaCO_3 0,05 M:

em erlenmeyer de 125 ml, colocar:

10 ml de solução CaCO_3 0,05 M

4 ml de coquetel

30 ml de água destilada

3 gotas de Eriochrome Black-T

A solução deve consumir exatamente 10 ml da solução EDTA 0,05 M. Se consumir mais, ir acrescentando pitadas de EDTA, até acertar o título.

EDTA 0,025 N - Prepara-se a partir da solução estoque 0,05 M
Solução 0,05 M x 2 (sal dissódico) = solução 0,1N

Para preparar 1 litro da solução 0,025 N a partir da solução 0,1 N, tomamos a equação fundamental da química volumétrica:

$$\begin{array}{ll}
 VN = V'N' & V = 1.000 \text{ ml} \\
 1.000 \times 0,025 = V' \cdot 0,1 & N = 0,025 \text{ N} \\
 V' = \frac{1.000 \times 0,025}{0,1} = \frac{25}{0,1} = 250 & V' = ? \\
 & N' = 0,1
 \end{array}$$

Verificação da igualdade $VN = V'N'$:

$$\begin{array}{l}
 1.000 \times 0,025 = 250 \times 0,1 \\
 25 = 25
 \end{array}$$

Tomamos então 250 ml da solução EDTA 0,1 N (ou 0,05 M) e diluimos a 1 litro para obter uma solução EDTA 0,025 N.

CaCO_3 0,05 M - Tomamos o CaCO_3 p.a., sabendo que
 PM = 100,0893 g.

$$\begin{array}{l}
 1 \text{ mol} \quad \text{--} \quad 100\text{g} \quad \quad x = 0,05 \cdot 100 = 5 \text{ g/litro} \\
 0,05 \text{ mol} \quad \text{--} \quad x
 \end{array}$$

O CaCO_3 é muito pouco solúvel em água destilada ($\pm 1\%$). Para sua dissolução total procede-se do seguinte modo: passa-se as 5 g de CaCO_3 para um becher de 300 ou 400 ml, umedece-se ligeiramente e em seguida coloca-se gota a gota, HCl concentrado (boa procedência) até não dar mais efervescência. Caso não se dissolva totalmente, levar ao fogo até dissolução total. Esfriar e completar o volume a 1 litro.

Indicador: Eriochrome Black-T - Dissolver 0,2 g de Eriochrome Black-T em 50 ml de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro.

Álcool metílico + bórax - Dissolver 4 g de bórax em 250 ml de metanol. O bórax é pouco solúvel. Se não dissolver, levar ao banho-maria até a dissolução total.

CUIDADO - Ao ser levado ao banho-maria, a chama pode explodir o metanol. Tomar um recipiente -

grande (diâmetro grande) para afastar suficientemente o metanol da chama

Nota importante: Se for necessário levar ao banho-maria, pesar antes. Após a dissolução, esfriar e pesar novamente. Completar a diferença de peso com metanol.

Preparo dos reagentes para Al^{+++}

Indicador: Azul de Bromotimol - 0,1% - Tomar 0,1 g de azul de bromotimol, colocar em um gral e juntar 1,6 ml de NaOH 0,1 N. Triturar bem, até o todo ficar verde.

Nota- Por vezes a cor permanece âmbar, apesar de bem triturado. Nesse caso, colocar mais algumas gotas de NaOH 0,1 N e a cor verde aparecerá. Juntar água aos poucos e ir passando para balão de 100 ml, ao mesmo tempo em que se vai lavando o gral. Estando este bem limpo, completar o volume adicionando água diretamente no balão. Guardar em frasco escuro.

NaOH 1 N - O preparo é feito a partir de ampolas com NaOH em solução, e que diluídas a 1 litro dão uma solução NaOH 1 N. O nome comercial dessas ampolas (Normex, Titrisol, Dilut-It) varia conforme o fabricante.

Partimos da solução 1 N e fazemos estoque da solução 0,1 N. Esta, por sua vez, irá sendo diluída a 0,025 N para as titulações.

NaOH 0,1 N - Preparo de 1 litro de solução NaOH 0,1 N, a partir da solução 1 N:

$$VN = V'N'$$

$$\begin{aligned}
 1.000 \times 0,1 &= V' \cdot 1 & V &= 1.000 \text{ ml} \\
 V' &= \frac{1.000 \times 0,1}{1} = 100 \text{ ml} & N &= 0,1 \text{ N} \\
 & & V' &= ? \\
 & & N' &= 1 \text{ N}
 \end{aligned}$$

Tomar 100 ml da solução NaOH 1 N, levar a balão de 1 litro e completar o volume.

NaOH 0,025 N - Preparo de 1 litro de solução 0,025 N, a partir da solução 0,1 N:

$$\begin{aligned}
 VN &= V'N' & V &= 1.000 \text{ ml} \\
 1.000 \times 0,025 &= V' \cdot 0,1 & N &= 0,025 \text{ ml} \\
 V' &= \frac{1.000 \times 0,025}{0,1} = \frac{25}{0,1} = 250 \text{ ml} & V' &= ? \\
 & & N' &= 0,1 \text{ N}
 \end{aligned}$$

Tomar 250 ml da solução 0,1 N, levar a balão de 1 litro e completar o volume.

5. 6. e 10. Fósforo assimilável e potássio e sódio trocáveis

Para estas determinações, usa-se uma solução de ácidos fraca como extrator, partindo de HCl p.a. e H₂SO₄ p.a., isentos de fósforo:

$$\begin{aligned}
 &0,050 \text{ N em HCl} \\
 &0,025 \text{ N em H}_2\text{SO}_4
 \end{aligned}$$

Preparo da solução extratora HCl 0,050 N e
H₂SO₄ 0,025 N

HCl 0,050 N - Partindo de HCl concentrado, temos: PM = 36,46g
 36,46 g/litro = solução 1 N T = 36%
 x g/litro = solução 0,050 N d = 1,19
 x = 36,46 x 0,05 = 1,823 g/litro

densidade:

$$\begin{aligned}
 1,19 \text{ g} &= 1 \text{ ml} & x &= \frac{1,823}{1,19} = 1,532 \text{ ml/litro} \\
 1,823 \text{ g} &= x \text{ ml} & &
 \end{aligned}$$

Título:

$$100\% = 1,532 \text{ ml/litro}$$

$$36\% = x \text{ ml/litro}$$

$$x = \frac{100 \times 1,532}{36} = 4,256 = 4,3 \text{ ml/litro}$$

Para ter uma solução HCl 0,050 N, tomamos 4,3 ml de HCl e diluimos a 1 litro.

H₂SO₄ 0,025 N - Partindo de H₂SO₄ concentrado, temos:

$$PM = 98,08 \text{ g}$$

$$d = 1,84 \text{ (a } 15^{\circ}\text{C)}$$

$$T = 96\%$$

$$\text{Solução H}_2\text{SO}_4 \text{ 1 N} = \frac{98,08}{2} = 49,04 \text{ g/litro}$$

$$\text{Solução 1 N} = 49,04 \text{ g/litro}$$

$$\text{Solução 0,025 N} = x$$

$$x = 0,025 \text{ N} \times 49,04 = 1,226 \text{ g/litro}$$

densidade:

$$1,84 \text{ g} = 1 \text{ ml} \quad x = \frac{1,226}{1,84} = 0,666 \text{ ml}$$

$$1,226 \text{ g} = x \text{ ml}$$

Título:

$$100\% = 0,666 \text{ ml} \quad x = \frac{100 \times 0,666}{96} = 0,69 \text{ ml/litro}$$

$$96\% = x \text{ ml}$$

Para ter uma solução H₂SO₄ 0,025 N, tomamos 0,69 ml de H₂SO₄ e diluimos a 1 litro.

- Na prática, costumamos preparar 10 litros da solução HCl 0,050 N e H₂SO₄ 0,025 N: toma-se um balão de 10 litros e coloca-se mais ou menos 5 litros de água destilada. Adiciona-se 43 ml de HCl e 6,9 ml de H₂SO₄. Completa-se o volume, agitando bem.

Nota: Após adicionar o HCl, ter o cuidado de lavar a proveta por 3 vezes, colocando as águas de lavagem no balão.

Ataque:

Em erlenmeyers de 125 ml, coloca-se 10 g de TFSA e 100 ml da solução extratora HCl 0,050 N e H₂SO₄ 0,025 N. Agita-se por 5 minutos em agitador circular horizontal. Não é necessário tampar. Isto é feito à tarde. Ao retirar as baterias do agitador, ter o cuidado de desmanchar o montículo de terra que se forma no centro do erlenmeyer. Deixar repousar durante a noite.

No dia seguinte, sem filtrar, pipetar 25 ml do líquido sobrenadante e passar para bateria de frascos plásticos com capacidade aproximada de 30 ml.

Lavar a bateria em que a mistura solo + solução extratora se encontrava e deixar escorrer bem. Em outro alíquotador, pipetar 5 ml (exatamente) dos 25 ml anteriormente extraídos e passar novamente para a bateria de erlenmeyers de 125 ml. Estes 5 ml se destinam à determinação do fósforo assimilável e os 20 ml que restam na bateria de frascos plásticos vão para determinação do potássio trocável, e do sódio quando for o caso.

5. Determinação do fósforo assimilável

Aos 5 ml do extrato de solo anteriormente pipetados, juntar 10 ml de solução ácida de molibdato de amônio já diluída e 1 pitada (mais ou menos 30 mg) de ácido ascórbico em pó, como redutor. Levar ao agitador circular horizontal por 1 minuto, para homogeneizar

Ao prazo médio de 1 hora após a adição do ácido ascórbico (45 minutos a 2 horas), iniciar a leitura da densidade ótica na escala logarítmica do fotocolorímetro, usando o filtro vermelho (comprimento de onda de 660 mμ). Converter a leitura em ppm de P, através de tabela elaborada com a leitura de padrões.

Nota: Constatamos na prática a absoluta necessidade de lavar os pipetadores (de 25 ml e 5 ml) após cada extração. Quando esta é feita, não se tem idéia da concentração de fósforo no extrato. Caso seja alta, o resíduo aderido às paredes das pipetas pode mascarar completamente o resultado da alíquota pipetada imediatamente depois.

Diluição: Também no caso de se apresentarem altas concentrações de fósforo assimilável, superiores a capacidade de leitura da escala ou simplesmente à da faixa mais expandida, e se quer o resultado exato, será necessário proceder a diluição, após decorrer o tempo necessário para a reação (mínimo de 45 minutos).

Considerar sempre que temos no erlenmeyer 15 ml (5 ml do extrato do solo + 10 ml da solução ácida de molibdato). Ir acrescentando água destilada sempre na proporção de 15 ml ou seus múltiplos, até obter uma cor que permita uma leitura exata na escala. Se, ao atingir 120 ml a cor ainda for muito escura, homogeneizar bem o conteúdo com bastão de vidro, pipetar uma porção para outro erlenmeyer e prosseguir a diluição.

Preparo dos reagentes para P assimilável

Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) - Em balão aferido de 1 litro (pirex ou similar) colocar 2 gramas de subcarbonatos de bismuto e \pm 250 ml de água destilada; juntar rapidamente 150 ml de H_2SO_4 concentrado (reagente bom, isento de P). Ao cessar a fervura, o sal de bismuto deve estar completamente dissolvido.

Depois de frio, juntar uma solução de 20 g de molibdato de amônio em \pm 200 ml de água. Completar a 1 litro e homogeneizar. Fazer estoque.

Solução ácida de molibdato de amônio diluída - Em proveta graduada, colocar 300 ml da solução acima (concentrada) e completar a 1 litro com água destilada. Agitar muito bem com bastão de vidro, para homogeneizar. É esta solução que se adiciona ao extrato de solo.

Preparo do Padrão Concentrado de 50 ppm de P

Em um pesa-filtro, tomar pequena quantidade (0,5 g ou menos) de KH_2PO_4 , deixar por uma noite em estufa a 80°C , tampar e esfriar. Temos então:

$$\begin{aligned} & \text{PM} \\ \text{K} &= 39,1 \\ \text{H}_2 &= 2 \\ \text{P} &= 31 \\ \text{O}_4 &= \underline{64} \\ \text{KH}_2\text{PO}_4 &= 136,1 \text{ g} \end{aligned}$$

$$1 \text{ ppm} = 1 ; 1.000.000 = 1 \text{ mg/kg} = 1 \text{ mg/litro}$$

$$\text{Precisamos } 50 \text{ ppm de P} = 50 \text{ mg P / litro}$$

$$136,1 \text{ mg de } \text{KH}_2\text{PO}_4 = 31 \text{ mg de P}$$

$$x \text{ mg de } \text{KH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mg de P}$$

$$x = \frac{136,1 \times 50}{31} = \frac{6.805}{31} = 219,52 \text{ mg P} = 0,2195 \text{ g de } \text{KH}_2\text{PO}_4$$

por litro.

Então, tomando 0,2195 g de KH_2PO_4 e dissolvendo a 1 litro, temos uma solução com 50 ppm de P. Na prática, constatamos maior facilidade em trabalhar com um padrão concentrado de 25 ppm P, motivo pelo qual pesamos a mesma quantidade de KH_2PO_4 (0,2195 g) e dissolvemos em 2 litros. Antes de completar o volume, adiciona-se 3 ml de H_2SO_4 concentrado, para assegurar a perfeita dissolução do fosfato.

Preparo dos padrões de 1, 2, 3 e 4 ppm de P

Parte-se da solução acima, contendo 25 ppm de P, e prepara-se 250 ml de cada um dos padrões.

$$\begin{array}{ll} \text{Padrão de 1 ppm de P - } VN = V'N' & V = 250 \text{ ml} \\ 250 \times 1 = V' \cdot 25 & N = 1 \text{ ppm} \\ V' = \frac{250 \times 1}{25} = 10 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 25 \text{ ppm} \end{array}$$

Toma-se 10 ml da solução de 25 ppm P, leva-se a balão de 1 litro e completa-se o volume com a solução extratora HCl 0,050 N e H₂SO₄ 0,025 N.

$$\begin{array}{ll} \text{Padrao de 2 ppm de P - } VN = V'N' & V = 250 \text{ ml} \\ 250 \times 2 = V' \cdot 25 & N = 2 \text{ ppm} \\ V' = \frac{250 \times 2}{25} = 20 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 25 \text{ ppm} \end{array}$$

Toma-se 20 ml da solução de 25 ppm P, leva-se a balão de 250 ml e completa-se o volume com a solução extratora HCl 0,050 N e H₂SO₄ 0,025 N.

$$\begin{array}{ll} \text{Padrão de 3 ppm de P - } VN = V'N' & V = 250 \text{ ml} \\ 250 \times 3 = V' \cdot 25 & N = 3 \text{ ppm} \\ V' = \frac{250 \times 3}{25} = 30 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 25 \text{ ppm} \end{array}$$

Toma-se 30 ml da solução de 25 ppm P, leva-se a balão de 250 ml e completa-se o volume com a solução extratora HCl 0,050 N e H₂SO₄ N.

$$\begin{array}{ll} \text{Padrão de 4 ppm de P - } VN = V'N' & V = 250 \text{ ml} \\ 250 \times 4 = V' \cdot 25 & N = 4 \text{ ppm} \\ V' = \frac{250 \times 4}{25} = 40 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 25 \text{ ppm} \end{array}$$

Toma-se 40 ml da solução de 25 ppm P, leva-se a balão de 250 ml e completa-se o volume com a solução extratora HCl 0,050 N e H₂SO₄ N.

PREPARO DA CURVA OU TABELA PARA TRANSFORMAÇÃO DA
LEITURA EM PPM DE P

A primeira consideração a fazer é que, para o ataque, tomamos 10 g de TFSA, usando 100 ml da solução extrato - ra. Então, a concentração de P sofreu uma diluição na razão 1:10. Consideramos assim que, uma leitura do extrato de solo igual à leitura de cada um dos padrões, deve ser multiplicada por 10. Temos então:

Padrão de 1 ppm de P = 10 ppm de P no solo
 " " 2 " " " = 20 " " " " "
 " " 3 " " " = 30 " " " " "
 " " 4 " " " = 40 " " " " "

Ao guardar os padrões nos frascos apropriados, após seu preparo, costuma-se escrever nos rótulos:

P_1 : 1 ppm de P na solução ; 10 ppm de P no solo	P_2 : 2 ppm de P na solução ; 20 ppm de P no solo
P_3 : 3 ppm de P na solução ; 30 ppm de P no solo	P_4 : 4 ppm de P na solução ; 40 ppm de P no solo

A leitura desses quatro padrões, caso o colorímetro esteja bem regulado, guarda uma proporção constante e, caso se leve a um gráfico, dá uma reta que passa pela origem, permitindo estabelecer com segurança um único fator, para as interpolações e extrapolações.

Leitura de padrões

Em erlenmeyers de 125 ml, toma-se 5 ml de cada um dos padrões e faz-se a reação como se estivesse trabalhando com extrato de solo. Faz-se 3 repetições de cada padrão, ou 3 repetições dos padrões de 1, 2 e 3 ppm P e 2 repetições do padrão de 4 ppm P. Decorrido o tempo necessário (mais ou menos 1 hora), procede-se à leitura.

Cálculo do fator (F)

Temos então:

ppm - dados pelos padrões (10, 20, 30 e 40 ppm P no solo)
leitura (L) - resultado da leitura dos padrões feita na escala
logarítmica do colorímetro

$F = \frac{\text{ppm}}{L}$ ou $\text{ppm} = F \times L$, o que permite as interpolações e
extrapolações.

Exemplos:

Temos, por hipótese, os seguintes resultados da leitura dos padrões:

$P_1 = 160$	$P_2 = 320$	$P_3 = 480$	$P_4 = 640$
$P_1: \text{ppm} = 10$	$L = 160$	$F = \frac{10}{160} = 0,0625$	
$P_2: \text{ppm} = 20$	$L = 320$	$F = \frac{20}{320} = 0,0625$	
$P_3: \text{ppm} = 30$	$L = 480$	$F = \frac{30}{480} = 0,0625$	
$P_4: \text{ppm} = 40$	$L = 640$	$F = \frac{40}{640} = 0,0625$	

O preparo da tabela vai depender do tipo do colorímetro. No Metronic modelo M, por exemplo, a escala só permite leituras de 5 em 5 unidades, na faixa mais expandida. Neste caso, a tabela será feita do seguinte modo:

Leitura	ppm	F x L
5	<1	(0,0625 x 5 = 0,3125)
10	1	(0,0625 x 10 = 0,625)
15	1	(0,0625 x 15 = 0,9375)
20	1	(0,0625 x 20 = 1,25)
25	2	(0,0625 x 25 = 1,5625)

Outros colorímetros permitem a leitura de unidade em unidade, então a tabela será feita de acordo.

6 e 10. Determinação do potássio e sódio trocáveis

É feita por meio do fotômetro de chama, nos 20 ml do extrato de solo que sobraram após pipetar os 5 ml para a determinação do fósforo assimilável.

Selecionado o filtro conveniente no fotômetro, ca libra-se o galvanômetro no zero com água destilada e no meio da escala (100) com uma solução padrão contendo 0,2 mE/litro de K, 0,2 mE/litro de Na e 2,0 mE/litro de Ca.

Tomar outras soluções padrão contendo:

0,1 mE/litro de K - 0,1 mE/litro de Na - 1,0 mE/litro de Ca

0,3 mE/litro de K - 0,3 mE/litro de Na - 3,0 mE/litro de Ca

0,4 mE/litro de K - 0,4 mE/litro de Na - 4,0 mE/litro de Ca

Fazer a leitura e anotar. Temos então os dados (para K e Na):

Leitura do padrão 0,2 mE/l - que obrigamos a dar 100

" " " 0,1 mE/l - que anotamos o ponto onde caiu

" " " 0,3 mE/l - que anotamos o ponto onde caiu

" " " 0,4 mE/l - que anotamos o ponto onde caiu

Obtidas essas leituras, construir as curvas, uma para K e outra para Na, interpolar as leituras possíveis na escala do galvanômetro e preparar as tabelas. Quando as leituras das amostras caírem fora da escala, diluir até que sua leitura seja possível e levar em conta a diluição ao calcular a concentração de K ou Na.

Nota: Considerando a diluição da rotina - 1:10 (10 g de TFSA para 100 ml da solução extratora), as leituras dos padrões em mE/litro correspondem a mE/100 g na amostra de solo, porque:

Padrão 0,1 mE/l = 0,01 mE/100 g

0,01 mE/100 g x 10 (diluição) = 0,1 mE/100 g

Padrao 0,2 mE/l = 0,02 mE/100 g
 0,02 mE/100 g x 10 (diluição) = 0,2 mE/100 g

Padrão 0,3 mE/l = 0,03 mE/100 g
 0,03 mE/100 g x 10 (diluição) = 0,3 mE/100 g

Padrão 0,4 mE/l = 0,04 mE/100 g
 0,04 mE/100 g x 10 (diluição) = 0,4 mE/100 g

Preparo dos padrões

Na prática, preparamos um padrão concentrado contendo K, Na e Ca, uma vez que, esta última determinação também pode ser feita no fotômetro de chama.

Preparo do Padrão Concentrado:

- K = 1,0 mE/litro
- Na = 1,0 mE/litro
- Ca = 10,0 mE/litro

Para 1 litro:

- Pesar 0,0585 g de NaCl = 1,0 mE/litro
- " 0,0746 g de KCl = 1,0 mE/litro
- Pipetar 200 ml de uma solução de 1.000 ppm de Ca = 10 mE/litro
- Levar tudo a balão de 1 litro e completar o volume.

Cálculos:

	PM	
	K = 39,100	
	Cl = 35,457	
	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>	
1 eq/l		= 74,557 g/litro ou 1 mE/litro = 0,0746 g/litro

	PM	
	Na = 22,991	
	Cl = 35,457	
	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>	
1 eq/l		= 58,448 g/litro ou 1 mE/litro = 0,0585 g/litro

Preparo da solução de 1.000 ppm de Ca:

1 mg/litro = 1 ppm ou 1.000 mg/litro = 1.000 ppm ou

1 g/litro = 1.000 ppm

$$\begin{array}{r} \text{PM} \\ \text{Ca} = 40,08 \\ \text{C} = 12,01 \\ \text{O}_3 = \underline{48,00} \\ \text{CaCO}_3 = 100,09 \end{array}$$

$$\begin{array}{r} 100 \text{ g de CaCO}_3 - 40 \text{ g de Ca} \\ x \text{ g de CaCO}_3 - 1 \text{ g de Ca} \\ x = \frac{100}{40} = 2,5 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

Pesar 2,5 g de CaCO₃ p.a., dissolver em um pouco de HCl concentrado e completar o volume para 1.000 ml.

Nota: "um pouco de HCl concentrado" - umedecer o CaCO₃ e em seguida adicionar gota a gota o HCl até não dar mais efervescência. Colocar mais 1 gota e aquecer. Deixar esfriar e completar a 1 litro.

Preparo dos padrões de 0,1 - 0,2 - 0,3 - 0,4 mE/litro, a partir do padrão concentrado de 1,0 mE/litro de K e Na

Padrão 0,1 mE/litro K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$\begin{array}{ll} \text{VN} = \text{V}' \text{N}' & \text{V} = 500 \text{ ml} \\ 500 \times 0,1 = \text{V}' \cdot 1,0 & \text{N} = 0,1 \text{ mE/l} \\ \text{V}' = \frac{500 \times 0,1}{1,0} = 50 \text{ ml} & \text{V}' = ? \\ & \text{N}' = 1,0 \text{ mE/l} \end{array}$$

Dilui-se 50 ml do padrão 1,0 mE/l a 500 ml e obtêm-se o padrão 0,1 mE/litro K e Na

Padrão 0,2 mE/litro K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$\begin{aligned}VN &= V'N' & V &= 500 \text{ ml} \\500 \times 0,2 &= V' \cdot 1,0 & N &= 0,2 \text{ mE/l} \\V' &= \frac{500 \times 0,2}{1,0} = 100 \text{ ml} & V' &= ? \\ & & N' &= 1,0 \text{ mE/l}\end{aligned}$$

Dilui-se 100 ml do padrão 1,0 mE/l a 500 ml e obtêm-se o padrão 0,2 mE/litro K e Na.

Padrão 0,3 mE/l K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$\begin{aligned}VN &= V'N' & V &= 500 \text{ ml} \\500 \times 0,3 &= V' \cdot 1,0 & N &= 0,3 \text{ mE/l} \\V' &= \frac{500 \times 0,3}{1,0} = 150 \text{ ml} & V' &= ? \\ & & N' &= 1,0 \text{ mE/l}\end{aligned}$$

Dilui-se 150 ml do padrão 1,0 mE/l a 500 ml e obtêm-se o padrão 0,3 mE/l K e Na.

Padrão 0,4 mE/l K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$\begin{aligned}VN &= V'N' & V &= 500 \text{ ml} \\500 \times 0,4 &= V' \cdot 1,0 & N &= 0,4 \\V' &= \frac{500 \times 0,4}{1,0} = 200 \text{ ml} & V' &= ? \\ & & N' &= 1,0 \text{ mE/l}\end{aligned}$$

Dilui-se 200 ml do padrão 1,0 mE/l a 500 ml e obtêm-se o padrão 0,4 mE/l K e Na.

Nota: Obtidas as tabelas com as leituras desses padrões basta, na rotina, calibrar o galvanômetro no zero com água destilada e no meio da escala (100) com o padrão 0,2 mE/litro K e Na.

7. Calcário a ser aplicado

Os critérios adotados são os seguintes:

Verificar os teores de Al^{+++} e $Ca^{++} + Mg^{++}$.

a) Se o teor de Al^{+++} for menor que 0,3 mE/100 g e o de

$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ for maior que 2,0 mE/100 g, não se recomenda calagem.

b) Se o teor de Al^{+++} for maior que 0,3 mE/100 g e o de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ for maior que 2,0, multiplicar por 2 o alumínio encontrado, obtendo-se a calagem a ser recomendada, em kg/ha.

c) Se o teor de Al^{+++} for menor que 0,3 mE/100 g e o de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ também for menor que 2,0, precede-se da seguinte forma:

$$2,0 - (\text{Ca} + \text{Mg}) = \text{ton/ha de calcário}$$

d) Se o teor de Al^{+++} for maior que 0,3 mE/100 g e o de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ for menor que 2,0 mE/100 g, comparar os dados obtidos de $\text{Al} \times 2$ e de $2,0 - (\text{Ca} + \text{Mg})$. O valor mais alto expressa a quantidade de calcário necessária, em kg/ha.

Nota importante: Caso a recomendação de calcário ultrapasse 4 ton/ha, aconselhar ao interessado o fracionamento da dose em duas parcelas para culturas de alto rendimento. No caso de culturas de baixo rendimento, advertir ao interessado ser antieconômico, a curto prazo, o emprego do calcário.

8. Adubação adequada

Baseamos as recomendações de adubação em dois critérios:

- A) Provável renda bruta da cultura
- B) Teores de nutrientes encontrados na análise do solo

A) Provável renda bruta da cultura

a) Culturas de alta rentabilidade, notadamente as que se localizam nas proximidades dos centros consumidores. Entre essas culturas podemos incluir as hortaliças (alface, couves, tomate, alho, cebola, etc.), coqueiro-anão, fruta-de-

conde,. Situam-se na faixa mais alta de adubação (100 kg/ha de N).

- b) Outras, como citrus em geral, têm uma renda bruta um pouco mais baixa. Podem ser situadas na faixa de 80 kg/ha de N.
- c) Banana, mamão, cana-de-açúcar, trigo e outras de renda semelhante, incluem-se em uma faixa de 60 kg/ha de N.
- d) Milho, forrageiras, arroz, abóboras, mandioca, etc., recebem a recomendação de 40 kg/ha de N.
- e) A faixa mais baixa (20 kg/ha de N), destina-se a pastos perenes não submetidos a pastoreio intensivo.
- f) Em se tratando de leguminosas, levam a adubação recomendada para as gramíneas da mesma faixa de renda bruta, com a dose de N reduzida à metade.

B) Teores de nutrientes encontrados na análise do solo

- a) O nitrogênio (N), embora sirva de base à recomendação de adubação, não é determinado, devido a sua grande mobilidade na solução do solo - sua disponibilidade está relacionada a um grupo de fatores, entre os quais destacamos o grau de umidade do solo e a época do ano. Assim sendo, o teor encontrado na análise expressaria apenas o N presente no momento da retirada da amostra.
- b) Para recomendação de adubação fosfatada (P_{205}), na prática, consideramos os níveis:

0 a 10 ppm de P - baixo

11 a 20 ppm de P - médio-baixo

21 a 30 ppm de P - médio-alto

Maior que 30 ppm de P - alto

Níveis baixo e médio-baixo: levam P_{205} na dose igual ao dobro da dose de N

Nível médio-alto: leva P_2O_5 na dose igual à metade da dose de N

Nível alto: não necessita P_2O_5

c) Adubação potássica (K_2O). Também na prática, consideramos os níveis:

0 a 45 ppm de K - baixo

46 a 100 ppm de K - médio-baixo

101 a 150 ppm de K - médio-alto

Maior que 150 ppm de K - alto

Níveis baixo e médio-baixo: levam K_2O na dose igual ao dobro da dose de N

Nível médio-alto: leva K_2O na dose igual à metade da dose de N

Nível alto: não necessita K_2O

Dados Adicionais

9. Hidrogênio trocável + Alumínio trocável

a) Pesar 5 g de TFSA.

b) Passar para erlenmeyers de 125 ml e juntar 75 ml de acetato de cálcio 1 N, pH 7,1.

c) Arrolhar imediatamente. Agitar algumas vezes durante o dia e deixar repousar por uma noite (não esquecer de desmanchar os montículos que se formam no centro dos erlenmeyers).

d) No dia seguinte pipetar, em trompa de vácuo, 25 ml do líquido sobrenadante, passando para becher de 100 ml.

e) Titular com NaOH 0,025 N, usando fenolftaleína a 1% como indicador (3 gotas). A titulação está completa quando o líquido, antes incolor, apresenta uma cor rósea que deve ser comparada com a cor obtida na titulação do ensaio em branco

Nota: Não esquecer de deixar o ensaio em branco também de um dia para o outro.

Cálculo:

$$(L_1 - L_b) \times 1,65 = \text{me}/100 \text{ g de H}^+ + \text{Al}^{+++}$$

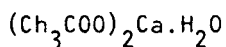
L_1 = leitura na bureta para a amostra

L_b = leitura do ensaio em branco na bureta

1,65 = fator de correção (constante)

Preparo dos reagentes

Solução extratora: acetato de cálcio 1 N, pH 7,1



PM = 176,188 g

$$\text{Equivalente grama} = \frac{176,188}{2} = 88,094 \text{ g}$$

Solução 1 N = 88,1 g/litro

O pH geralmente dá quase 8,0. Corrigir para pH 7,1 com ácido acético glacial, pingando gota a gota e agitando - com bastão de vidro até obter pH 7,1 ou entre 7,0 e 7,1.

NaOH 0,025 N - o preparo está contido no item 4; reagentes para determinação do alumínio trocável.

Fenolftaleína a 1%

Pesar 1 grama de fenolftaleína e dissolver em 100 ml de álcool absoluto (tomar um balão de 100 ml, seco; colocar a fenolftaleína e completar o volume). Solúvel em álcool.

Como os álcoois em sua maioria são acidificados, deve-se colocar na solução preparada algumas gotas de NaOH 0,1 N. Se passar, isto é, se aparecer róseo, coloca-se gotas (mais ou menos 10) de HCl 0,1 N até ficar novamente branco. Checar com água destilada.

NaOH 0,1 N - o preparo está contido no item 4; reagentes

para determinação do alumínio trocável.

HCl 0,1 N - para o preparo de 1 litro:

HCl 1 N = 36,46 g/litro Exemplo

HCl 0,1 N = 3,646 g/litro PM = 36,46

densidade: d = 1,19

1 ml = 1,19 g Título = 37%

x ml " 3,646 g

x = $\frac{3,646}{1,19} = 3,0638$ ml

1,19

Título:

100% = 3,0638 ml/litro

37% = x

x = $\frac{3,0638 \times 100}{37} = 8,2805 \approx 8,3$ ml/litro

37

Tomar 8,3 ml de HCl, passar para balão de 1 litro e completar o volume.

10. Sódio trocável

Foi tratado no item 6, juntamente com potássio trocável.

11. Cálcio trocável

Após determinar o $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ no extrato de solo obtido pelo ataque de 10 g de TFSA com 100 ml de solução KCl 1 N, inclinar a bateria e pipetar outra alíquota de 25 ml.

Adicionar 3 ml de KOH a 10% e uma pitada (\pm 50 mg) de murexida, ficando a solução com uma cor rósea. Titular com EDTA (sal dissódico) 0,025 N, dando uma viragem do róseo para o violeta.

Notas:

1º) O KOH a 10% tem de ser colocado imediatamente antes da titulação. Não se pode colocar KOH em todos os erlenmeyers

da bateria e depois titular.

- 2º) Como a viragem é difícil de ver, deve-se, no final, titular de 2 em 2 gotas, até verificar que não muda mais a cor. A leitura na bureta corresponde ao teor de Ca^{++} , em mE/100 g.

Preparo dos reagentes

KOH a 10% - Tomar 100 g de KOH, passar para balão de 1 litro e completar o volume

Murexida (indicador) - Pesar exatamente 100 mg de purpurato de amônio (murexida) e 20 g de K_2SO_4 . Passar para um gral e triturar muito bem, até o total desaparecimento dos cristais de K_2SO_4 . Guardar em frasco - escuro, bem fechado.

EDTA 0,025 N - O preparo está contido no item 3: reagentes para determinação de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$.

12. Magnésio trocável

Após a titulação do cálcio trocável, temos os dados:

$$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} \text{ (item 3) e } \text{Ca}^{++} \text{ (item 11) .}$$

$$\text{Mg}^{++} = (\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}) - \text{Ca}^{++}.$$

13. Soma das bases trocáveis ou Valor S

$S = \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^+ + \text{Na}^+$ - o resultado é dado em mE/100 g (duas decimais).

14. Capacidade de troca de cátions (CTC) ou Valor T

$T = S + \text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$ - o resultado é dado em mE/100 g (duas decimais).

15. Índice de saturação em bases ou Valor V

$$V = \frac{100 S}{T} \text{ - o resultado é dado em percentagem (nº)}$$

inteiro). Se a primeira decimal for 5 ou mais, arredondar para cima. Se menor que 5 , arredondar para baixo.

16. Índice de saturação em alumínio trocável

$$\text{Saturação Al}^{+++} = \frac{100 \text{ Al}^{+++}}{\text{Al}^{+++} + \text{S}} \quad - \text{ o resultado é dado}$$

em percentagem (nº inteiro). Para arredondar, seguir o mesmo critério adotado acima (item 15).

ANÁLISE DE CALCÁRIOS

O Laboratório pode fornecer os seguintes dados:

1. % de CaCO_3 (ou CaO)
2. % de MgCO_3 (ou MgO)
3. Resíduo insolúvel e não dosado
4. Granulometria
5. PRNT
6. Interpretação dos resultados

Porém, se a amostra em estudo for constituída por fragmento de rocha, fica automaticamente excluída a possibilidade de se fornecer a granulometria e em consequência o PRNT.

MÉTODOS DE ANÁLISE

1. e 2. Determinação do Ca + Mg

- 1º Teste para identificação do material, antes de ser aceito para análise:
 - a) Sobre um pedaço limpo da rocha, colocar 1 gota de HCl concentrado. Efervescência denota presença de calcário.
 - b) Se o material já vier finamente triturado, tomar pequena quantidade em um vidro de relógio, umedecer ligeiramente e colocar 1 a 2 gotas de HCl concentrado. Se der efervescência, trata-se de calcário.
- 2º a) Retira-se um fragmento da rocha (limpo), coloca-se em um gral e tritura-se o mais finamente possível.

- b) Se o calcário já veio triturado, ainda assim levar pequena quantidade a um gral e triturar até pulverização completa.
- 3º Pesa-se exatamente (em balança de precisão) 1 grama do material obtido.
- 4º Passa-se para becher de 300 ou 400 ml, junta-se 10 ml de água destilada e 3 ml de HCl concentrado.
- Para dissolução completa do calcário, levar ao fogo. É muito raro que se dissolva todo sem essa providência; no entanto, se acontecer, não será necessário levar ao fogo.
- 5º Esfriar, passar para balão de 1 litro, lavando cuidadosamente o becher, o funil e o gargalo do balão, fazendo - com que as águas de lavagem caiam no interior deste. Completar o volume e homogeneizar bem.
- 6º Tomar, em erlenmeyer de 125 ml:
- 10 ml do extrato
 - 30 ml de água destilada
 - 4 ml de coquetel
 - 4 gotas de Eriochrome Black-T
- Titular com EDTA (sal dissódico) 0,02 N. Viragem do róseo para azul puro. Leitura direta na bureta.

Determinação do Ca

Em erlenmeyer de 125 ml, tomar:

10 ml do extrato

30 ml de água destilada

3 ml de KOH a 10%

1 pitada de murexida (\pm 50 mg)

Titular com o mesmo EDTA (0,02 N). Viragem do róseo para o violeta. Leitura direta na bureta.

Nota: Viragem difícil de ver. Sabe-se o ponto exato quando, ao se colocar mais 2 gotas, não virar mais.

Determinação do Mg

Não é determinado diretamente, obtêm-se por subtração:

$$\text{Mg} = (\text{Ca} + \text{Mg}) - \text{Ca}$$

Preparo dos reagentes

Coquetel - o preparo está contido no item 3 (Ca + Mg trocáveis) do capítulo sobre análise de solos.

Murexida e Eriochrome B.T. (indicadores) - idem (item 3, análise de solos).

KOH a 10% - Pesar 100 g de KOH, passar para balão de 1 litro e completar o volume.

EDTA 0,02 N - partindo do sal dissódico:

$$\text{PM} = 372,252$$

$$1 \text{ mol} - 372,252 \text{ g}$$

$$\text{Sol. } 1 \text{ N} = \frac{372,252}{2} = 186,126 \text{ g/litro}$$

$$1 \text{ N} - 186,126 \text{ g/litro}$$

$$0,02 \text{ N} - x$$

$$x = 186,126 \times 0,02 = 3,72252 \text{ g/litro}$$

Com a pureza de 99%:

$$\frac{3,72252 \times 100}{99} = \frac{372,252}{99} = 3,760 \text{ g/litro}$$

Toma-se 3,760 gramas de EDTA, passa-se para balão de 1 litro e completa-se o volume

Checar com 2 ml de uma solução CaCO_3 0,05 M (= 0,1 N) cujo preparo está contido no item 3 do capítulo sobre análise de solos.

Para titular o EDTA 0,1 N, gastando 10 ml, tomamos 10 ml da solução CaCO_3 0,05 M ou 0,1 N.

Para titular o EDTA 0,02 N (= 0,01 M), gastando 10 ml, tomamos:

0,1 - 10 ml

0,02 N - x

$$x = \frac{0,02 \times 10}{0,1} = \frac{0,2}{0,1} = 2 \text{ ml}$$

Procedimento - em erlenmeyer de 125 ml, colocar:

2 ml de solução CaCO_3 0,05 M

4 ml de coquetel

30 ml de água destilada

4 gotas de Eriochrome B.T.

A titulação deve consumir exatamente 10 ml da solução 0,02 N EDTA. Se consumir mais, ir acrescentando pitadas de EDTA, até acertar o título.

Cálculos - Vamos supor que o resultado da análise seja:

$$\text{Ca} + \text{Mg} = 9,4 \text{ mE}/100 \text{ g}$$

$$\text{Ca} = 5,0 \text{ mE}/100 \text{ g}$$

$$\text{Mg} = 4,4 \text{ mE}/100 \text{ g}$$

Para o cálculo da percentagem, a fórmula geral:

$$\% = \frac{\text{mE}/100 \text{ g} \times \text{PM}}{\text{Valência} \times 10^3}$$

$$\% = \frac{\text{mE}/100 \text{ g} \times \text{PM}}{10}, \text{ porque titulamos com EDTA}$$

0,02 N. O denominador 10, neste caso, deve-se ao fato de termos tomado 10 ml da solução de calcário para titular.

ou simplificando:

$$\% = \frac{\text{mE}/100 \text{ g} \times \text{PM}}{10} = \frac{5,0 \times 100}{10} = 50\% \text{ de } \text{CaCO}_3$$

6. Equivalente de $\text{CaCO}_3 = \% \text{CaCO}_3 + (\% \text{MgCO}_3 \times 1,19)$. No caso em estudo:

$$\text{Eq. } \text{CaCO}_3 = 50\% + (37\% \times 1,19) = 50 + 44 = 94\% \text{ eq. de } \text{CaCO}_3$$

Vamos supor que esse mesmo calcário apresentou os seguintes dados na

Granulometria = 8 malhas/polegada ou maior	2%
8-20	5%
20-60	30%
60 ou menor	63%

$$\begin{aligned} \text{PRNT} &= (2 \times 0,0) + (5 \times 0,2) + (30 \times 0,6) + (63 \times 1,0) \cdot 0,94 = \\ &= 77,08 \approx 77\% \end{aligned}$$

Então, para uma recomendação de calcário deve-se a plicar, para cada tonelada:

$$\frac{1,0}{0,77} = 1,298 \approx 1,3 \text{ toneladas do calcário em apreço.}$$

BIBLIOGRAFIA

- International Soil Testing. 1966. Annual Report. Contract AID/csd-287. North Carolina State University, Raleigh.
- Jackson, M.L. 1964. Análisis químicos de suelos. Ediciones - Omega, S.A., Barcelona.
- Meyer, T.A. & Volk, G.W. 1952. The effect of particle size of limestone on soil reaction, exchangeable cations and plant growth. Soil Science 73: 37-52.
- Methods of soil analysis. Vol. 1-2. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- Pearson, R.W. & Adams, F. 1967. Soil acidity and liming. Agronomy 12. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- Pierre, W.H., Pohlman, G.G. & McIlvaine, T.C. 1932. Soluble aluminum studies: I. The concentration of aluminum in the displaced soil solution of naturally acid soils. Soil Science 34: 145-160.
- Wolkweiss, S.J. & Ludwick, A.E. 1969. Escolha do corretivo da acidez do solo. Folheto nº 2. Faculdade de Agronomia e Veterinária da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.