

# PESQUISA EM ANDAMENTO

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Centro Nacional de Pesquisa de Solos  
Ministério da Agricultura e do Abastecimento  
Rua Jardim Botânico, 1.024 CEP 22460-000 Rio de Janeiro, RJ  
Tel (021) 274-4999 Fax (021) 274-5291

Nº 11, dezembro 1998, p.1-2



## SIMPLIFICAÇÃO DE MÉTODO DE DETERMINAÇÃO COLORIMÉTRICA DO FERRO LIVRE NO SOLO

Marie Elisabeth Christine Claessen <sup>1</sup>

Os métodos clássicos de determinação colorimétrica vêm sendo gradativamente substituídos dentro da área analítica, entre outros, pelos métodos de espectrometria de absorção atômica, muito mais eficazes. No entanto, a compra e manutenção desse equipamento implicam em alto investimento por parte das instituições de pesquisa, o que faz com que os métodos colorimétricos continuem sendo uma alternativa, quando necessário, justificando seu contínuo aprimoramento.

Dentre os procedimentos analíticos utilizados como alternativos para a determinação colorimétrica do teor de ferro livre no solo, temos a metodologia preconizada por Jackson (1974) que utiliza o KSCN (tiocianato de potássio), de excelente manuseio mas pouca estabilidade, porquanto a leitura no extrato da amostra deve ser feita imediatamente após sua introdução.

O presente trabalho visa aprofundar-se no método do KSCN, de modo a introduzir um agente que permita a estabilidade colorimétrica desse reagente, conferindo maior confiabilidade aos resultados obtidos na análise do solo. Na determinação do ferro com o tiocianato devem ser mantidas constantes as seguintes variáveis: quantidade de reagente (KSCN), quantidade e tipo de ácido, uso de agente oxidante e tempo de espera para a leitura.

Foram selecionadas 30 amostras de diferentes classes de solos, com teores variáveis de ferro, as quais pertencem aos arquivos da Embrapa Solos. A extração do ferro livre foi realizada pelo método clássico do CBD (Citrato-Bicarbonato-Ditionito), segundo Jackson. Foram testados os efeitos de pH, tipo de ácido e adição de um solvente, a acetona.

Foram testados os ácidos HNO<sub>3</sub> e HCl. O ácido HNO<sub>3</sub> tem a vantagem de servir ao mesmo tempo de agente oxidante e de controlador da acidez. No método de Jackson a acidez é assegurada pelo HCl e o meio oxidante, pela H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Utilizando-se o HNO<sub>3</sub>, os teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram baixos em relação aos obtidos pelo método de Jackson, o que demonstra a não viabilidade do mesmo para os solos.

O pH ideal para a reação com o KSCN, utilizando-se o HCl, está entre 1,4 e 2,4. Foi constatada estabilidade da cor até uma hora após seu desenvolvimento; verifica-se, então, o esmaecimento das amostras, tornando-se a leitura impossível após duas horas aproximadamente.

O efeito da adição de um solvente foi testado com a acetona. Utilizando-se o HCl e a acetona, o pH ideal situa-se entre 1,2 e 1,7. A adição da acetona como solvente aumenta a sensibilidade do método. Esta alteração pode ser atribuída à baixa constante dielétrica da solução de acetona.

O efeito da adição de acetona 60% (v/v) está sendo estudado sem alteração do pH das amostras. Verifica-se uma evolução, expressa em teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, até aproximadamente duas horas, quando, então, os valores se estabilizam e permanecem inalterados por quatro horas (Tabela 1). Os valores encontrados são os mesmos obtidos pelo método clássico de Jackson. Para a rotina operacional essa estabilidade poderá assegurar maior confiabilidade aos resultados analíticos.

<sup>1</sup> Pesquisadora, M.Sc., Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1.024, CEP 22460-000, Jr



TABELA 1. Teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (g/kg) dosados pelo método colorimétrico do KSCN modificado.

Amostra nº	Tempo de espera para a leitura			
	15min	1h	3h	4h
1	2,86	3,48	3,14	3,12
2	3,07	3,46	3,10	3,04
3	3,07	3,80	3,42	3,36
4	6,14	7,12	6,20	6,08
5	7,00	8,37	7,18	7,04
6	6,51	7,57	6,85	6,72
7	8,48	9,71	8,32	8,00
8	9,30	10,70	9,14	9,00
9	9,11	10,80	9,14	9,00
10	8,11	9,82	8,81	8,64
11	5,33	4,76	4,50	4,23
12	5,66	5,54	5,20	5,00
13	11,25	11,15	11,25	11,00
14	10,83	11,54	11,25	10,88
15	12,91	12,30	12,50	12,05
16	1,72	1,30	1,31	1,29
17	1,81	1,34	1,43	1,44
18	1,66	2,09	2,41	2,41
19	1,66	1,90	2,33	2,33
20	3,69	4,04	3,99	3,90
21	0,83	0,81	0,83	0,83
22	1,71	2,27	2,74	2,74
23	2,49	2,45	2,33	2,41
24	1,94	3,33	4,18	4,26
25	0,92	0,96	1,08	1,09
26	6,29	6,66	7,43	7,51
27	5,48	5,75	6,48	6,50
28	1,67	1,54	1,62	1,64
29	7,09	6,36	6,21	6,23
30	4,03	3,85	4,05	4,09

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

JACKSON, M.L. *Soil chemical analysis: advanced course*. Madison : University of Wisconsin, 1974. 895p.

Tiragem: 110 exemplares

Também disponível na Internet em <http://www.cnps.embrapa.br>



*Produção editorial*

*Embrapa Solos*

*Área de Comunicação e Negócios Tecnológicos (ACN)*