

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Solos
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

Manual de Métodos de Análise de Solo

3^a edição revista e ampliada

*Paulo César Teixeira
Guilherme Kangussu Donagemma
Ademir Fontana
Wenceslau Geraldus Teixeira
Editores Técnicos*

**Embrapa
Brasília, DF
2017**

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Solos

Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024. Jardim Botânico

CEP: 22460-000 - Rio de Janeiro, RJ

Fone: + 55 (21) 2179-4500

Fax: + 55 (21) 2179-5291

<https://www.embrapa.br>

<https://www.embrapa.br/fale-conosco/sac/>

Unidade responsável pelo conteúdo e edição

Embrapa Solos

Comitê de Publicações da Embrapa Solos

Presidente: *José Carlos Polidoro*

Secretário-Executivo: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Membros: *Ademar Barros da Silva, Adriana Vieira de C. de Moraes, Alba Leonor da Silva Martins, Enyomara Lourenço Silva, Evaldo de Paiva Lima, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Luciana Sampaio de Araujo, Maria Regina Laforet, Maurício Rizzato Coelho, Moema de Almeida Batista, Wenceslau Geraldes Teixeira*

Supervisão editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Normalização bibliográfica: *Luciana Sampaio de Araujo*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Capa: *Eduardo Guedes de Godoy*

Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes e*

Marcos Antônio Nakayama

3ª edição

Publicação digitalizada (2017)

Todos os direitos reservados.

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

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Embrapa Solos

Manual de métodos de análise de solo / Paulo César Teixeira ... [et al.], editores técnicos. – 3. ed. rev. e ampl. – Brasília, DF : Embrapa, 2017.

573 p. : il. color.

ISBN 978-85-7035-771-7

1. Análise do solo. 2. Física do solo. 3. Química do solo. 4. Matéria orgânica. 5. Mineralogia. I. Teixeira, Paulo César. II. Donagemma, Guilherme Kangussu. III. Fontana, Ademir. IV. Teixeira, Wenceslau Geraldes. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

— Capítulo 11 —

SÍLICA

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Ademir Fontana

Ademir Emídio da Silva

11.1 Princípio

Solubilização da sílica proveniente do ataque sulfúrico com solução de NaOH e posterior desenvolvimento da cor azul do complexo sílico-molíbdico através da redução do molibdato com ácido ascórbico.

11.2 Material e Equipamentos

- Papel de filtro.
- Funil.
- Pipeta graduada de 10 mL.
- Micropipeta (0,20 mL).
- Copo plástico de 150 mL.
- Pisseta.
- Balão volumétrico de 100 mL, 200 mL e de 1 L.
- Balança analítica.

- Espectrofotômetro UV-Vis.
- Placa aquecedora.

11.3 Reagentes e soluções

- **Solução ácida de molibdato de amônio** – dissolver 89 g do sal em aproximadamente 600 mL de água e adicionar, lenta e continuamente, 162 mL de H_2SO_4 diluído, agitando constantemente. Esfriar e transferir para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Ácido ascórbico** – usar sal puro p.a. (aproximadamente 30 mg), ou solução recém-preparada.
- **Solução de ácido tartárico 28%** – pesar 28 g de ácido tartárico, adicionar água destilada ou deionizada e completar o volume em balão volumétrico de 100 mL. Homogeneizar.
- **Solução de NaOH 30%** – para cada litro de solução, pesar 300 g de hidróxido de sódio e completar o volume com água. Dissolver e homogeneizar.
- **Solução de ácido sulfúrico diluído** – adicionar 62 mL de H_2SO_4 concentrado em 100 mL de água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

11.4 Procedimento

- Passar o resíduo retido no papel de filtro (item 10.5) com auxílio de pisseta com água destilada ou deionizada (usar aproximadamente 150 mL), para o mesmo Erlenmeyer onde foi feito o ataque sulfúrico. Essa operação é facilitada colocando-se o papel de filtro aberto em funil grande, preso em suporte, e aplicando-se um jato fino e forte de água.

- Adicionar 4 mL de solução de NaOH 30% e colocar o Erlenmeyer em placa aquecedora até início de fervura.
- Deixar esfriar usando sistema de refrigeração, secar o Erlenmeyer e acertar massa a 201,2 g, com auxílio de pisseta e balança. Os Erlenmeyers devem ser previamente pesados.
- Em até no máximo 1 hora após o resfriamento e acerto da massa, transferir o material para um bêquer de teflon de 600 mL. Filtrar, usando papel de filtro e funil, e receber o filtrado límpido em frasco de polietileno. Obs.: deve-se encher o filtro e aguardar sua filtração completa. Eliminar as duas primeiras filtrações.
- Pipetar 0,20 mL do filtrado com micropipeta e transferir para copo plástico de 150 mL.
- Adicionar aproximadamente 50 mL de água, e, com controle de tempo da aplicação dos reagentes conforme a seguir, adicionar 2,5 mL da solução de molibdato de amônio. Após 10 minutos, juntar 2,5 mL de solução de ácido tartárico 28% e, decorridos 5 minutos, adicionar 30 mg de ácido ascórbico, como redutor.
- Após a adição dos reagentes acima, aproximadamente 5 minutos, passar o conteúdo para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada. Caso a coloração no copo de 150 mL seja de um azul muito intenso, transferir o volume para balão de 200 mL e completar o volume.
- Deixar o balão em repouso para desenvolvimento completo da cor. Após 12 horas, nunca depois de 24 horas, medir a absorbância a 695 nm e anotar a leitura.

11.4.1 Solução padrão

- Preparar uma solução padrão contendo 6% a 6,5% de SiO₂. A solução padrão pode ser preparada a partir de uma solução padrão de SiO₂ de 1.000 mg L⁻¹ (utilizando reagente de altíssima qualidade) ou proveniente de amostras de solo. O teor exato de sílica da solução padrão deve ser determinado pelo processo gravimétrico.
- A solução correspondente a 6%-6,5% de SiO₂ e que serve de padrão também pode ser preparada a partir de filtrados claros das próprias amostras de solo. Normalmente usam-se filtrados cuja leitura no aparelho dão valores acima do padrão de 0,2 mL. A aferição do teor exato da solução deve ser feita pelo processo gravimétrico. A cor azul é estável por 24 h, sendo essencial o uso de copo plástico.
- Pipetar 0,10 mL; 0,20 mL e 0,40 mL do extrato da solução padrão, em duplicata, e proceder da mesma forma descrita para a amostra. Determinar os valores das leituras no espectrofotômetro-UV a 695 nm, correspondentes a cada solução, e empregar o valor médio para o cálculo do fator de conversão da leitura em percentagem de sílica.

11.5 Cálculo

11.5.1 Cálculo quando a leitura da amostra não ultrapassa a leitura do padrão de 0,2 mL

$$\text{SiO}_2 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = L \times f_1 \times 10$$

Em que:

$$f_1 = \frac{2 \times (\text{SiO}_2 \text{ padrão})}{L_2}$$

L – leitura da amostra.

L₂ – leitura do padrão correspondente a 0,2 mL.

SiO_2 padrão – concentração de SiO_2 da solução padrão, em %.

11.5.2 Cálculo quando a leitura da amostra é maior que a leitura do padrão de 0,2 mL

$$\boxed{\text{SiO}_2 \text{ (g kg}^{-1}) = [(L - L_2) \times f_2] + 2 \times (\text{SiO}_2 \text{ padrão})] \times 10}$$

Em que:

SiO_2 – concentração de SiO_2 total no solo, em g kg^{-1} .

L – leitura da amostra.

$$f_2 = \frac{2 \times (\text{SiO}_2 \text{ padrão})}{L_4 - L_2}$$

L_2 – leitura do padrão correspondente a 0,2 mL.

L_4 – leitura do padrão correspondente a 0,4 mL.

SiO_2 padrão – concentração de SiO_2 da solução padrão, em %.

11.6 Observações

A leitura das amostras deverá ficar entre 100 e 300 para a alíquota de 0,2 mL. Diluir ou tomar alíquotas maiores que 0,2 mL, se necessário.

Para o cálculo do fator f_2 , considera-se diferença entre as leituras do padrão 0,4 mL e 0,2 mL porque a leitura do último padrão não obedece mais à lei de Beer.

O teor de sílica da solução padrão deve ser controlado periodicamente pelo método gravimétrico. Para tal, colocar um volume conhecido da solução padrão em cadrinho de platina previamente seco e pesado, e calcinar em mufla a 1.000 °C durante 1 hora. Esfriar em dessecador e pesar usando balança com precisão de quatro casas decimais.

11.7 Literatura recomendada

DURIEZ, M. A. de M.; JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W. de O. **Método simplificado para determinação dos valores Ki e Kr na terra fina.** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982. 10 p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de pesquisa, 2).

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. **Determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na terra fina e complexo coloidal.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim técnico, 12).

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

RAMOS, F.; KEHRIG, A.G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 583-604.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).