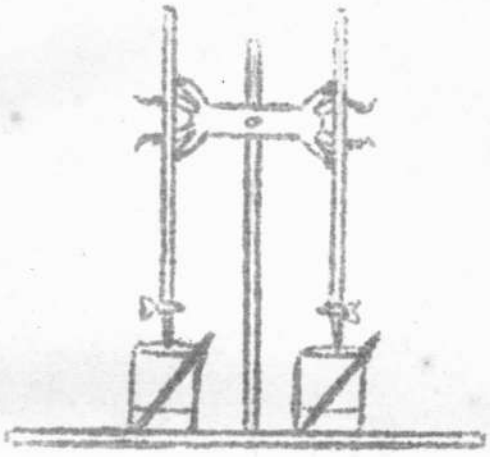
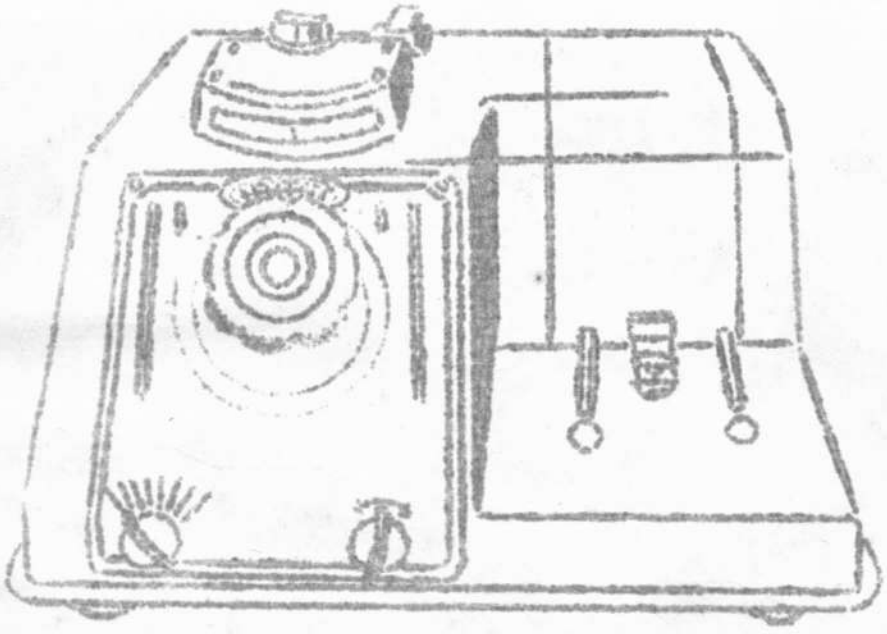
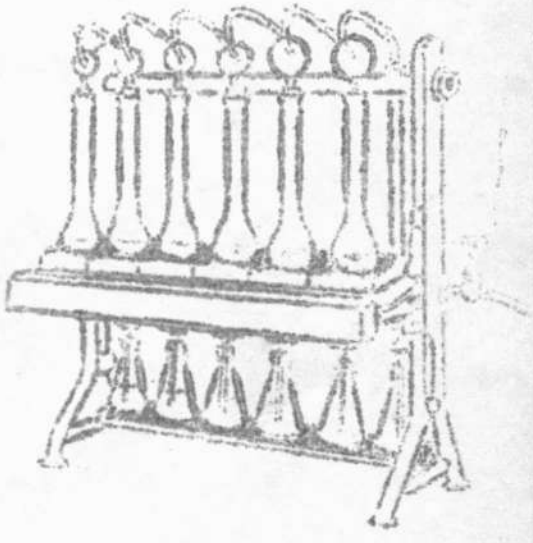
OS MÉTODOS EMPREGADOS

PARA

ANÁLISE DE SÓLOS







NO

INSTITUTO AGRONÔMICO DO NORTE

Belém — Pará

BIBLIOTECA

OS MÉTODOS EMPREGADOS PARA ANÁLISE DE SÓLOS NO INSTITUTO AGRONÔMICO DO NORTE

Belém — Pará

1ª PARTE

MÉTODOS DE ANÁLISE
E
SUA INTERPRETAÇÃO

Com o apôio dado pela Superintendência do Plano de Valorização Econômica da Amazônia aos estudos pedológicos desta Região, pôde o Instituto Agronômico do Norte desenvolver a sua Secção de Solos e preencher / assim a lacuna há muito existente.

Iniciado o estudo de Solos da Amazônia, recebeu a recém-instalada Secção um apreciável volume de Amostras, coletadas por seus técnicos, afim de que fossem analisadas e fornecidos os resultados analíticos.

Sendo a análise de solo, a base para a interpretação e solução de grande parte de problemas referentes à Agricultura, compreende-se a responsabilidade do Laboratório na seleção de métodos e técnicas que possam fornecer dados com máxima precisão, e que satisfaçam não só os casos de cultivo do solo, mas, também, a pesquisas de Ciência do Solo.

Boletins, Separatas e Publicações diversas, que obedeciam ou / não, às normas fixadas pela Sociedade Brasileira de Ciência de Solo foram por nós examinados, sem contudo podermos, na maioria dos casos, aplicá-los na íntegra, surgindo dessa experimentação Analítica Gravimétrica e Colorimétrica, a presente seleção de Métodos de Análise cuja organização tem por finalidade atender aos Laboratoristas e às necessidades do nosso Serviço.

Humberto da Silveira Dantas
Chefe do Laboratório da Secção de Solos

I - PREPARO DA AMOSTRA DE SOLO: - No Instituto Agronômico do Norte, as amostras de solo são transportadas do Campo ao Laboratório em sacos de pano, com capacidade para 4 Kg. Efetua-se a secagem da amostra, estendendo-a sôbre folha de zinco galvanizado. Isso, geralmente demora algum tempo, e sòmente após secagem é que são desfeitos os grumos com auxílio de um Rôlo de madeira, —— evitando-se triturar as pedras —— e passado o sôlo através de peneiras com furos circulares de 2 mm. Obtém-se dessa maneira a "Terra Fina Sêca ao Ar" (T.F.S.A.) e que é usada para as análises física e química.

++++++++++++++++++++++

2 - UMIDADE HIGROSCÓPICA: (W)

Em pesa-filtro de forma baixa, tarado, pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. —— Obtém-se o pêso p_1. Levar à estufa regulada a 105-110ºC durante 4 horas. Retirar o material da estufa, levar ao dessecador para esfriar e pesar. —— Obtém-se o pêso p_2.

W = umidade higroscópica
t = tara do pesa-filtro
P = peso do solo usado (10 gr)
p_1 = tara do pesa-filtro + peso do solo usado
p_2 = tara do pesa-filtro + peso do solo usado depois de ter ido à estufa à 105 - 110ºC.
m = massa (peso) do solo sem umidade

Perda de pêso na estufa ou Umidade em 10 gramas de solo a 105 - 110ºC = $p_1 - p_2$

Peso do solo sem umidade é $m = p_2 - t$

CÁLCULO:

$$W\ \% = \frac{100\ (p_1 - p_2)}{P}$$

OBS.: É conveniente fazer outra determinação, levando novamente à estufa o material acima, afim de obter-se "Terra Fina Sêca na Estufa" (T.F.S.E.)

FATOR DE TRANSFORMAÇÃO DE T.F.S.A. para T.F.S.E. (f)

$$f = \frac{100}{100 - W}$$

3. UMIDADE EM 100cc. DE SOLO NATURAL:

Colocam-se duas amostras volumétricas de solo natural, equivalendo a 100cc., em lata de alumínio de forma baixa, tarada, e pesa-se. Leva-se a lata à estufa regulada a 105 - 110ºC até constância de pêso. Deixa-se esfriar em dessecador e pesa-se.

W_{100cc} = umidade em 100cc de solo

t = tara da lata de alumínio

p_1 = tara da lata + pêso da amostra natural

p_2 = tara da lata + pêso da amostra depois de ter ido à estufa a 105 - 110ºC.

CÁLCULO

$$W_{100cc} = p_1 - p_2$$

NOTA: A amostra volumétrica é obtida com anel de aço, que tem externamente a forma cônica, sendo internamente um cilindrico de volume conhecido.
Êsses anéis são geralmente, de 50cc. ou 100cc.

++++++++++++++

4. DENSIDADE APARENTE (D_a)

A densidade aparente do solo é calculada pela fórmula:

$$D_a = \frac{m}{v}, \text{ em que}$$

D_a = densidade aparente

m = massa (pêso) do solo sem umidade, em 100cc

v = volume do solo usado (100cc)

O solo usado para essa determinação é o do § 3.

CÁLCULO:

Sendo:

t = tara da lata de alumínio usada

p_2 = tara da lata + pêso da amostra depois de ter ido à estufa a 105 - 110ºC.

A massa do solo sem umidade será:

$$m = p_2 - t$$

e, aplicando a fórmula, vem:

$$D_a = \frac{m}{v} \quad \text{ou} \quad D_a = \frac{p_2 - t}{v} \quad \text{ou} \quad D_a = \frac{p_2 - t}{100 \text{ cc.}}$$

++++++++++++++++++++

5. DENSIDADE REAL (D_r)

Passar o solo do § 2, para balão aferido de 50ml e com auxílio de burêta juntar álcool metílico até o traço de aferimento, agitando constantemente, para eliminar as bolhas de ar. Efetuar o cálculo pela seguinte fórmula:

$$D_r = \frac{m}{50 - n}$$

em que

D_r = densidade real

m = massa (pêso) do solo sem umidade ($m = p_2 - t$), no § 2

50 = volume do balão aferido

n = nº de ml de álcool metílico gasto da burêta.

++++++++++++++++

6. HIGROSCOPICIDADE (Hy)

Em pesa-filtro de forma baixa, tarado, pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. e determinar a Umidade Higroscópica como no § 2.

Após a retirada da umidade, levá-lo a um dessecador contendo 200ml de H_2SO_4 1,49 Normal e deixar a amostra em exposição, efetuando pesadas no 5º e no 10º dia. Sendo:

pêso da amostra sem umidade = p_2 - t, dado no § 2

t = tara do pesa-filtro

y_1 aumento de pêso registrado no 5º dia de exposição

y_2 " " " " " 10º " " "

Calcular a Higroscopicidade pela fórmula:

$$H_y\% \text{ em pêso de T.F.S.A.} = \frac{10 y_1 y_2}{2y_1 - y_2}$$

H_y = Higroscopicidade

y_1 = Tara do pesa-filtro + pêso da amostra exposta no 5º dia, menos tara do pesa-filtro + pêso da amostra sem umidade.

y_2 = Tara do pesa-filtro + pêso da amostra exposta no 10º dia, menos tara do pesa-filtro + pêso da amostra sem umidade.

++++++++++++++++++++++

7. DETERMINAÇÃO DO CARBONO TOTAL, pelo Método PURI, com permanganato alcalino.

Nº 1) - Pesar 2 e 5 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em erlenmeyers / de 250 e 500ml, respectivamente. (Para solos ricos pesar, apenas, 0,4 e 1 grama, respectivamente)

Nº 2) - Pipetar 20 e 50ml, respectivamente, de Permanganato de Potássio Normal de fator = 1, e 10 e 25ml de Hidróxido de Sodio / 0,05 N, para os erlenmeyers referidos no nº 1.

Nº 3) - Colocar sôbre os erlenmeyers funis de tubo curto, levar ao fogo, agitando constantemente, e deixar ferver durante 15 minutos, tempo geralmente suficiente para se efetuar a oxidação. (Se a côr da solução fôr destruida nêsse tempo, adicionar mais permanganato alcalino).

Nº 4) - Após completa oxidação, deixar o material esfriar, lavar bem com água destilada, decantar e passar sòmente a parte líquida para balões aferidos de 100 e 250ml, completando o volume dos mesmos com água destilada.

Nº 5) - Pipetar, de cada balão aferido, 50ml da solução que deve estar fria (correspondente a 1 grama do material) para becker de 400 ml.)

Nº 6) - Acidular a solução com aproximadamente 65ml de ácido sulfúrico a 10% e aquecer à ebulição.

Nº 7) - Pipetar 10ml de Ácido Oxálico Normal, fator = 1, e acrescentar vagarosamente, à solução anterior bem quente, agitando-a constantemente, devendo o Permanganato ficar descorado após a adição dos 10ml de Ácido Oxálico Normal.

Nº 8) - Titular, à quente, o excesso de Ácido Oxálico Normal, com o / mesmo Permanganato de Potássio Normal. No final da reação há aparecimento de coloração róseo permanente. Tomar nota do número de ml. de Permanganato de Potássio Normal gastos para efeito de cálculo.

CÁLCULOS

a) - Número de ml. de MnO_4K normal gastos na titulação multiplicados pelo fator de MnO_4K e por 390 dá mg de Carbono Orgânico / por 100 gramas de solo. (Êsse resultado é multiplicado por 5, quando fôr usado 0,4 e 1 grama de T.F.S.A.)

b) - mg Carbono Orgânico % x 1,724 = mg Matéria Orgânica por 100 gramas de solo.

NOTA: Sendo de 58% o teor médio de Carbono no Humus, usa-se 1,72 como fator de conversão de Carbono em Matéria Orgânica.
Segundo PURI, cada ml de MnO_4K N usado na titulação é igual a 3,9 mg de Carbono Orgânico, em 1 grama de solo.

++++++++++++++++

8. DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO TOTAL - Método de KJELDAHL modificado

Nº 1) - Pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em papel de filtro de 12,5cm. de diâmetro.

Nº 2) - Pesar 10 gramas de sulfato de Potássio, prèviamente pulverizado (ou de sodio) e 0,5 grama de sulfato de cobre, também pulverizado, juntá-las às 10 gr. de solo. Fechar o papel de filtro e passar para balão de Kjeldahl de 500ml.

Nº 3) - Juntar ao balão de Kjeldahl do nº 2, cêrca de 30ml de ácido / sulfúrico concentrado (podendo variar essa quantidade conforme necessidade).

Nº 4) - Levar ao fogo o balão de Kjeldahl (a temperatura deve ser branda inicialmente, aumentando-a gradativamente) até que o material fique claro, agitando-o constantemente afim de recolher ao fundo as partículas de solo (êsse tempo varia, geralmente, de uma a três horas)

Nº 5) - Retirar do fogo e deixar esfriar. Juntar pequena quantidade de água destilada, agitar, deixar decantar e passar sòmente o lavado, para outro Kjeldahl, de 800ml, continuando a operação até obter-se uns 200ml.

Nº 6) - Em erlenmeyer de 500ml (ou becker) ao qual se adicionou 100 ml de água destilada, juntar com pipeta 30ml de ácido sulfúrico / N/10, fator = 1, e 5 gotas de bromocresol púrpura (pH 5,2-6,8) obtendo-se coloração amarela que deve permanecer até o final / do Nº 11.

Nº 7) - Após lavagem da bateria de destilação com água destilada, adaptar os bulbos e imergir os tubos da bateria de destilação nos erlenmeyers (ou beckers) do nº 6.

Nº 8) - Levar o balão de Kjeldahl de 800ml à chapa elétrica (que não deve estar ligada) e agitar para uniformizar a solução.

Nº 9) - Logo que o líquido esteja em repouso, colocar pequena quantidade de Zinco Metálico (em pó) ou aproximadamente 20 fragmentos de pedra pomis e logo em seguida, inclinar o balão e juntar, / vagarosamente, de uma proveta, 100ml de Hidróxido de Sódio a / 50%. Fechar imediatamente o balão com a rolha de borracha / existente no bulbo de conexão da bateria.

Nº 10) - Ligar a chapa elétrica e agitar, com movimento de rotação, o conteúdo do balão e destilar.

Nº 11) - Receber o destilado no recipiente do nº 6, até obter-se um volume de 250ml, aproximadamente (tempo variável de 1 a 2 horas)

Nº 12) - Afastar os erlenmeyers da bateria, de modo que os tubos que estavam imergidos passem a repousar nas bordas dêstes. Desligar a chapa elétrica, retirar os bulbos, fazer nova lavagem nos tubos da bateria de destilação, recolhendo o lavado nos mesmos erlenmeyers.

Nº 13) - Titular à frio o excesso de ácido sulfúrico N/10, fator = 1, com Hidróxido de Sódio N/10, fator = 1, (No final da titulação há aparecimento de coloração púrpura)

Nº 14) - Anotar o número de ml de Hidróxido de Sódio N/10, fator = 1, gastos para efeito de cálculo.

Nº 15) - Efetuar um "blank" ou "Prova", usando os mesmos reativos, nas mesmas quantidades, excetuando-se, apenas, o solo.

CÁLCULOS

a) - Nº de ml gastos de OHNa N/10, na Prova menos Nº de ml de OHNa gastos na Amostra = A

b) - A x fator do OHNa N/10 = B

c) - B x 0,01401 = x gramas de N por 100 gramas de solo

d) - x gr N/100 gr solo x 71,4 = y ME de N/100 gr solo

++++++++++++++++++

FATOR PROTEINA: - A porcentagem média de Nitrogênio nas Proteínas é 16%. O fator para a conversão de Nitrogênio a Proteína é $\frac{100}{16} = 6,25$.

O fator 6,25 é usado para quase tôdas as Proteínas.

NOTA: A côr amarela do nº 6 deve permanecer até o final do nº 12. Havendo indício de mudança dessa coloração o Analista deve imediatamente adicionar mais uma quantidade de H_2SO_4 N/10 (pipetado) e anotar essa quantidade para efeito de cálculo.

++++++++++++++++++++++

9. DETERMINAÇÃO DO FÓSFORO ASSIMILÁVEL - Método de LORENZ

Nº 1) - Pesar exatamente 15 gramas de T.F.S.A. e passá-las para garrafas de Stohmann de 500ml (ou erlenmeyers de 500ml).

Nº 2) - Pipetar 150ml de ácido cítrico a 1% e juntar ao recipiente do nº 1.

Nº 3) - Levar as garrafas de Stohmann a um agitador mecânico e deixá-las em agitação por 4 horas.

Nº 4) - Deixar decantar e filtrar em papel bem fino (Whatman nº 44 ou Whatman nº 42, refiltrando) para becker de 250ml.

Nº 5) - Pipetar 100ml do filtrado do nº 4 (correspondente a 10 gramas de solo) para cápsula de porcelana (ou vitrosil).

Nº 6) - Levar a cápsula ao banho-maria e depois a uma chapa elétrica / até secura completa.

Nº 7) - Após secura, a cápsula é levada a uma mufla com temperatura regulada para 350ºC, aumentando-a depois para 450ºC durante 20 minutos.

Nº 8) - Retirá-la da mufla, deixar esfriar e tratar com ácido clorídrico concentrado, gota a gota, até molhar o material. Evaporar / em banho-maria e depois levar à secura em chapa elétrica. Repetir o ataque por mais 3 vezes.

Nº 9) - Deixar esfriar e acidular com ácido nítrico concentrado. Dissolver com água destilada e filtrar em papel de filtro nº 42 para becker, lavando o resíduo 3 a 5 vezes com água destilada quente (aproximadamente 200ml de água destilada).

Nº 10) - Acidular a solução filtrada do becker com 12,5ml do Reativo III (ácido nítrico, contendo ácido sulfúrico).

Nº 11) - Aquecer em chapa, sôbre tela de amianto, até aparecimento das primeiras bolhas de fervura.

Nº 12) - Retirar do fogo, agitar por alguns segundos e juntar 25ml do Reativo I (molibdato de amônio sulfatado), medidos em provêta e sem aquecê-los.

Nº 13) - Cobrir a solução com vidro de relógio, deixando repousar 5 minutos sem agitação, até que a maior parte do precipitado se / tenha formado.

Nº 14) - Agitar meio minuto e deixar decantar por 24 horas (dia seguinte).

Nº 15) - Filtrar o fosfomolibdato de amônio em cadinho de porcelana de fundo poroso nº 84/1 p_1 ou p_2 com auxílio de vácuo.

Nº 16) - Lavar o precipitado com uma solução de sulfato de sódio a 1%, até que o filtrado não dê mais reação ácida ao papel azul de tornassol.

Nº 17) - Pipetar 25ml de Hidróxido de Sódio N/10, fator = 1, ... e / dissolver o precipitado amarelo existente no cadinho. Quando o precipitado é grande, os 25ml de OHNa N/10 não são suficientes para dissolvê-lo, então, pipetar 25ml ou mais de OHNa N/10 até completa dissolução.

Nº 18) - Adicionar 5 ml de formol neutro contendo fenolftaleína e titular o excesso de OHNa N/10 com ácido sulfúrico N/10, fator = 1 ...

Nº 19) - Anotar os ml de Hidróxido de Sódio N/10, fator = 1, ... tomados, e os ml de ácido sulfúrico N/10, fator = 1, ... gastos na titulação.

CÁLCULOS

a) - Nº de ml de OHNa N/10 x fator menos Nº de ml H_2SO_4 N/10 x fator = A

b) - A x 10 = B

c) - B x 0,2537 = x mg de P_2O_5 por 100 gr de solo

d) - x gr de P_2O_5 % x 42,2 = y ME PO_4^{---} por 100gr solo

e) - y ME PO_4^{---} por 100gr solo x Densidade Aparente = z ME PO_4^{---} /100cc.

++++++++++++++++++

10. DETERMINAÇÃO DO CÁLCIO TROCÁVEL

Nº 1) - Pesar exatamente 12,5 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em garrafas de Stohmann de 500ml (ou em erlenmeyer de 500ml)

Nº 2) - Pipetar 125ml de ácido nítrico N/10, fator = 1, e juntar ao recipiente do nº 1.

Nº 3) - Levar as garrafas de Stohmann a um agitador mecânico e deixá-las em agitação por 4 horas.

Nº 4) - Deixar decantar e filtrar em papel Whatman nº 44 ou nº 42 refiltrando.

Nº 5) - Pipetar 100ml do filtrado do nº 4 (correspondente a 10 gramas de solo) para becker de 400ml.

Nº 6) - Adicionar 5 gôtas de vermelho de metila a 0,2%, levar ao fogo para reduzir o volume, e ajuntar Hidróxido de Amônio (1+1) até viragem do indicador, acrescentando daí um excesso de 3 ml, / até formação de precipitado e deixar ferver uns 5 minutos.

Nº 7) - Filtrar, à quente, em papel de filtro Whatman nº 42 para becker de 400ml, e lavar muitas vezes o precipitado com água destilada quente (fervendo).

Nº 8) - Tomar o filtrado do nº 7 e adicionar ácido clorídrico (1+9), gôta a gôta, até viragem do indicador e levar ao fogo até ebulição.

Nº 9) - Medir, em proveta, 10ml de uma solução saturada e quente de oxalato de amônio e juntar rapidamente à solução do nº 8.

Nº 10) - Ajuntar Hidróxido de Amônio (1+1), gôta a gôta, até viragem / do indicador e completa precipitação, ficando ainda o becker uns 3 minutos em chapa com calor brando.

Nº 11) - Cobrir o becker com vidro de relógio e deixar em repouso durante 4 horas.

Nº 12) - Filtrar o precipitado em papel de filtro Whatman nº 40 ou nº 42, para becker de 600ml e lavar várias vêzes o precipitado / com água destilada fervendo, até que haja ausência de reação com Nitrato de Prata N/10.

NOTA: Êsse filtrado deve ser guardado para determinação de Magnésio trocável.

Nº 13) - Dissolver o oxalato de cálcio existente no papel de filtro / do nº 12 em uns 20ml de ácido sulfúrico a 10%, à quente, e depois juntar o papel de filtro à solução, e fragmentá-lo / bem.

Nº 14) - Aquecer um pouco o becker contendo a solução e titular o ácido oxálico formado com Permanganato de Potássio N/10 de fator conhecido, tomando nota dos ml de MnO_4K N/10 gastos para efeito de cálculo.

CÁLCULOS

a) - Nº de ml de MnO_4K N/10 x fator = A
b) - A x 0,028 = x gramas CaO por 100 gramas de solo
c) - x gr CaO% x 35,7 = y ME Cálcio por 100 gr de solo
d) - y ME Ca^{++} por 100 gr solo x Densidade Aparente = z ME Ca^{++} /100cc.

++++++++++++++++++++

11. DETERMINAÇÃO DO MAGNÉSIO TROCÁVEL - Método da Oxina

Nº 1) - Tomar o filtrado do nº 12, que serviu para a determinação do Cálcio trocável, e levá-lo ao fogo até obter-se pequeno volume e juntar ácido clorídrico (1+9) gôta a gôta até viragem do vermelho de metila.

Nº 2) - Juntar 10ml da solução de cloreto de amônio a 10% e levar ao fogo.

Nº 3) - Neutralizar o excesso de ácido com Hidróxido de Amônio concentrado, gôta a gôta e ainda ligeiro excesso.

Nº 4) - Verificar com termômetro quando a solução chegar a 60 - 70ºC e adicionar 5 ml de oxina (5 gramas do sal dissolvido em ácido acético 2N até completar 100cc), agitando constantemente, tomando o líquido coloração amarela.

Nº 5) - Alcalinizar mais a solução do nº4 com uns 5 ml de Hidróxido de Amônio concentrado, gôta a gôta, até formação de precipitado de Hidroxiquinolato de Magnésio, usando o papel de tornassol como indicador.

Nº 6) - Deixar no fogo por uns 2 minutos, agitando constantemente.

Nº 7) - Retirar o becker do fogo, cobrí-lo com vidro de relógio, deixar o precipitado decantar, observando sempre a coloração do líquido sobrenadante que deve ser amarela.

Nº 8) - Após 4 horas de repouso, filtrar em cadinho de Gooch de fundo poroso, sêco, tarado, lavando muitas vêzes o precipitado com água destilada quente a 60 - 70ºC.

Nº 9) - Levar o cadinho à estufa graduada a 105ºC durante 3 horas.

Nº 10) - Retirar o cadinho da estufa, esfriar em dessecador e pesar, / tomando nota do pêso para efeito de cálculo.

CÁLCULOS

a) Pêso do cadinho com precipitado menos Tara do cadinho = pêso em gramas do precipitado de $(C_9H_6NO)_2$ Mg. $2OH_2$

b) Pêso encontrado em gr do ppdo x 1,156 = x gr MgO por 100gr de solo.

c) x gr MgO por 100 gr de solo x 49,6 = y ME Mg^{++} por 100 gr solo

d) y ME Mg^{++} por 100 gr solo x Densidade Aparente = z ME Mg^{++} / 100cc.

++++++++++++++++++

12. DETERMINAÇÃO DO POTÁSSIO TROCÁVEL

Efetuar as operações do Nº 1 até o Nº 4 de maneira idêntica ao que foi dito para a Determinação do Cálcio trocável no § 10.

Nº 5) - Pipetar 100ml do filtrado do nº 4 (correspondente a 10 gramas de solo) para cápsula de porcelana ou de vitrosil de 400cc.

Nº 6) - Levar a cápsula ao banho-maria e deixar secar, efetuando vários tratamentos com água oxigenada a 10 volumes e deixando secar o material até que o mesmo fique claro.

Nº 7) - Juntar ácido nítrico concentrado d= 1,40 até molhar o material, levar à secura e continuar o tratamento por mais duas vezes.

Nº 8) - Juntar uns 30ml de água destilada, aquecer a cápsula em banho / maria e filtrar a solução para becker, usando papel de filtro nº1, lavando várias vêzes com água quente.

++++++++++++++++++

Nº 9) - Passar uma parte do filtrado anterior para cápsula de porcelana e evaporar à secura. Juntar nova quantidade de filtrado / do nº 8, e assim sucessivamente, até que todo o conteúdo do nº 8 haja sido passado a cápsula e evaporado.

Nº 10) - Depois de completa secura, juntar 2 ml de água destilada molhando as paredes da cápsula e em seguida acrescentar 2 ml de cobaltihexanitrito de sódio, também molhando as paredes da / cápsula.

Nº 11) - Após duas horas de repouso, passar o precipitado e o excesso / de reativo para tubo próprio de centrifugação e deixar durante 4 minutos a 3500 rotações por minuto. Retirar apenas o líquido sobrenadante, deixando o precipitado, e juntar 5ml de água destilada para efetuar nova centrifugação. Continuar a operação até que o líquido sobrenadante fique completamente incolor (geralmente, 3 a 5 lavagens são suficientes)

Nº 12) - Passar o precipitado do nº 11 para um becker de 250ml e juntar de uma burêta alguns ml de Permanganato de Potássio N/50 fator = 1, (dependendo essa quantidade do precipitado existente) e cêrca de 3 ml de ácido sulfúrico (1+3) e aquecer o becker em banho-maria. Se a coloração rósea, com o aquecimento, estiver clareando, acrescentar com burêta imediatamente, mais / certa quantidade do mesmo MnO_4K 0,02N. Levar novamente ao fogo e continuar acrescentando MnO_4K 0,02 N até que essa coloração não desapareça com o aquecimento.

Nº 13) - Titular o excesso de MnO_4K 0,02N fator = 1, com ácido / oxálico 0,02 N fator = 1.
Anotar os ml do ácido oxálico gastos, para efeito de cálculo.

CÁLCULOS

a) - Nº de ml de MnO_4K 0,02N x fator menos nº ml $(COOH)_2$ 0,02N x fator = A

b) - A x 0,00157 = x gramas K_2O por 100 gr de solo

c) - x gr K_2O % x 21,2 = y ME K^+ por 100 gramas de solo

d) - y ME K^+ por 100 gr solo x Densidade Aparente = z ME K^+ por 100cc.

13. ANÁLISE MECÂNICA DO SOLO - Método da Pipeta

Nº 1) - Pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. e colocar em erlenmeyer de 600ml.

Nº 2) - Juntar 25 a 30 ml de água oxigenada a 20 volumes e cobrir / com funil de tubo curto o erlenmeyer, levando-o à chapa elétrica.

Nº 3) - Continuar o tratamento com água oxigenada até que não haja mais efervescência, à quente.

Nº 4) - Após a destruição da matéria orgânica, continuar o aquecimento por mais 30 minutos afim de remover o excesso de água oxigenada.

Nº 5) - Deixar esfriar, lavar o funil e as paredes do erlenmeyer com uns 100ml de água destilada, e decantar.

Nº 6) - Em papel de filtro Whatman nº44, filtrar o conteúdo do nº 5 ficando o solo no erlenmeyer. Efetuar nova lavagem do erlenmeyer com água destilada filtrando após decantação e repetindo êsse processo umas 5 vêzes. O filtrado será desprezado.

Nº 7) - Arrastar com água destilada de piseta, para becker, tarado, de 400ml, o solo existente no erlenmeyer do nº 5 e lavar bem o papel de filtro do nº 6 para o mesmo becker, até que não / apresente traços do material.

Nº 8) - Levar o becker do nº 7 à estufa graduada a 110ºC até completa secura do material. Deixar esfriar em dessecador e pesar. Do pêso encontrado, descontando-se a tara do becker tem-se a "matéria mineral" em 10 gramas de T.F.S.A. Calcular %.

Nº 9) - Ao material sêco e pesado do nº 8, juntar 10ml da solução de Hexametafosfato de Sódio a 0,05%, até que o mesmo fique solto, passando-o em seguida para outro becker de 600ml, efetuando várias lavagens com 200ml de água destilada, e levar a / agitador mecânico por 3 horas.

Nº 10) - Após a agitação, passar o material através de um tamís desobstruido de 0,2 mm de diâmetro, para provêta de 1000ml, lavando o tamís com água destilada até completar o volume da Provêta.

Fica no tamís "areia grossa".

Nº 11) - Passar o material do tamís com jôrro de água destilada para becker, tarado, e levá-lo à estufa regulada a 110ºC até completa secura. Deixar esfriar em dessecador e pesar. Do / pêso encontrado tirando-se a tara do becker, obtém-se "areia grossa" em 10 gr de T.F.S.A. Calcular para 100 gr.

Nº 12) - Com bastão de vidro longo, agitar durante 6 minutos o conteúdo existente na provêta do nº 10 e após 3 minutos e 45 segundos (medidos em cronômetro de precisão) pipetar a 10 centímetros de profundidade, sem agitar a suspensão, 25ml da solução e colocá-los em cadinho tarado. Levar à estufa regulada a 110ºC até secura, esfriar em dessecador e pesar. Obtém-se "argila + limo" em 10 gr de T.F.S.A. Efetuar o cálculo / para 100 gr.

Nº 13) - Agitar como foi dito no nº 12, durante 6 minutos e esperar 6 horas e 22 minutos (dependendo da temperatura ambiente) para pipetar a 10cm de profundidade, 25ml da suspensão, e passar o pipetado para cadinho tarado. Levar à estufa regulada a / 110ºC, secar, esfriar em dessecador e pesar. Obtém-se "argila" em 10 gr de T.F.S.A. Calcular para 100 gr.

Nº 14) - A "areia fina" é obtida por diferença para 100.

++++++++++++++++++

14. ANÁLISE DO COMPLEXO DE LATERITIZAÇÃO

Nº 1) - Pesar exatamente 2 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em erlenmeyer de 500ml, provido de refrigerante de refluxo esmerilhado, com 50ml de ácido sulfúrico d= 1,47.

Nº 2) - Ferver brandamente durante uma hora e quando frio, ajuntar / 100ml de água destilada e filtrar em papel de filtro Whatman nº 42, lavando várias vêzes o erlenmeyer com ácido clorídrico a 1%, para balão aferido de 250ml, até completar o volume - "filtrado R".

A parte retida no papel de filtro é usada para dosagem da sílica, enquanto no filtrado do balão de 250ml dosam-se Ferro, Alumínio e Titânio. (Manganês).

A - DETERMINAÇÃO DE SiO_2

Nº 3) - Transferir o papel de filtro contendo o resíduo insolúvel do nº 2, para uma cápsula de porcelana de 400ml, e acrescentar / 150ml de uma solução de carbonato de sodio a 5%.

Nº 4) - Com vidro de relógio, cobrir a cápsula de porcelana e levar à fervura, durante meia hora, acrescentando no início da fervura e de 10 em 10 minutos, cêrca de 10 ml de água destilada.

Nº 5) - Deixar esfriar, lavar bem a cápsula de porcelana com solução de Carbonato de Sódio a 5% e filtrar para balão aferido de 200ml, continuando a lavagem até completar o volume do balão.

Nº 6) - Pipetar 50ml do filtrado do nº 5 para uma cápsula de porcelana de 400ml e juntar, com cuidado, 25ml de ácido sulfúrico / concentrado, aquecendo em banho de areia até desprendimento / de fumaças brancas.

Nº 7) - Deixar esfriar e juntar ácido nítrico concentrado, gôta a gôta até descorar o precipitado. Diluir com 100ml de água, / agitar e esperar uma hora.

Nº 8) - Filtrar em papel de filtro de poros abertos, lavar com água fria, até ausência de reação de sulfatos no filtrado (verificar a ausência de Sulfato com solução Cl_2Ba)

Nº 9) - Em cadinho, tarado, secar o precipitado em estufa a 110ºC e calcinar em seguida, a 1.000ºC durante uma hora. Deixar esfriar em dessecador e pesar.

CÁLCULOS

Sendo:

t = tara do cadinho

p_1 = tara do cadinho + precipitado após calcinação

P = pêso do precipitado

$$P = p_1 - t$$

$$SiO_2\ \% = 200 \times P$$

++++++++++++++++

B - DETERMINAÇÃO DE Al_2O_3

Nº 1) - Pipetar 50ml do filtrado R, de que trata o § 14 - nº 2, para balão aferido de 100ml.

Nº 2) - Juntar 2 gôtas de fenolftaleína e Hidróxido de Sodio a 20%, / até coloração rósea, acrescentando após a viragem mais 3 ml.

Nº 3) - Juntar água destilada até próximo do traço de aferimento e manter o balão durante meia hora em banho-maria.

Nº 4) - Deixar esfriar e completar o volume do balão com água destilada e filtrar em papel de filtro Whatman nº 42, para becker de 250ml.

Nº 5) - Pipetar 25ml do filtrado do nº 4, para becker de 400ml, e neutralizar a solução com ácido clorídrico a 10%.

Nº 6) - Redissolver o precipitado que se formar, evitando excesso de ácido. Juntar 100ml de água destilada, aquecer a 60-70ºC e adicionar de 5 a 15ml de oxiquinoleina e acetato de amônio 2N até que a precipitação seja completa, acrescentando mais 40ml da solução de acetato.

Nº 7) - Se o líquido sobrenadante não for amarelo juntar mais 5 ml de oxiquinoleina, deixar em repouso por uma hora, sem aquecimento e depois filtrar em cadinho filtrante 84/1 p_2, tarado, lavando bem com água destilada fria.

Nº 8) - Levar o cadinho tarado com precipitado de Hidroxiquinolato de alumínio, à estufa regulada a 150ºC, durante 2 horas.

Nº 9) - Deixar esfriar em dessecador e pesar.

CÁLCULOS

Sendo:

t = tara do cadinho

p_1 = tara do cadinho + pêso do precipitado de Hidroxiquinolato de alumínio, sêco em estufa a 150ºC.

P = Pêso do precipitado de $(C_9H_6NO)_3$ Al, sêco a 150ºC

$$P = p_1 - t$$

$$Al_2O_3\ \% = 111 \times P$$

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA DPEA-IPEAN BIBLIOTECA Belém-Pará

C - DETERMINAÇÃO DE Fe_2O_3

Nº 1) - Pipetar 50ml do filtrado R, de que trata o § 14 - nº 2, para becker de 250ml.

Nº 2) - Ajuntar 2 ml de ácido sulfúrico concentrado (d = 1.84), pouco a pouco, e levar o becker a uma chapa elétrica, cobrindo-o / com vidro de relógio e deixando ferver.

Nº 3) - Adicionar cloreto estanoso, recém preparado, gôta a gôta, até descoramento da solução, evitando, colocar excesso de Cl_2Sn.

Nº 4) - Deixar esfriar e juntar de meio a um ml de solução saturada / de bicloreto de mercúrio.

Nº 5) - Adicionar 3 ml de ácido orto-fosfórico a 85% e titular com / solução de permanganato de Potássio N/10, de fator = 1, até leve coloração róseo.

CÁLCULOS

Determinar o fator em Fe_2O_3 da solução de MnO_4K N/10 usada no nº 5 e calcular assim:

Fe_2O_3 % = 250 x ml MnO_4K N/10 gastos x Fator Fe_2O_3

++++++++++++++++++++

D - DETERMINAÇÃO DE TiO_2 - Método colorimétrico.

Nº 1) - Pipetar 50ml do filtrado R, de que trata o § 14 - nº 2, para balão Kjeldahl de 500ml.

Nº 2) - Adicionar 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, d= 1.84, e aquecer até desprendimento de fumaças brancas, continuando / ainda o aquecimento por algum tempo. Retirar do fogo e / deixar esfriar.

Nº 3) - Juntar 50ml de água destilada, agitar bem, e levar novamente à chapa elétrica, até que que a solução fique transparente / (desaparecer a tuvação). Deixar esfriar.

Nº 4) - Lavar bem o balão Kjeldahl com água destilada e passar o lavado para balão aferido de 100ml, e juntar 1 ml de peróxido de Hidrogênio a 100 volumes (ou 10 ml de H_2O_2 a 30 vol.) até / aparecimento de côr amarela. Completar o volume do balão com água destilada e fotometrizar, calculando o teor de TiO_2 em / 100 gramas de solo. (usar filtro azul, 425-B, para o Eletrofotômetro Fisher)

++++++++++++++++++

DETERMINAÇÃO DA CURVA DO TITÂNIO

a) Preparo da solução padrão de TiO_2 - Pesar exatamente 2 gramas de TiO_2 e passar para balão de Kjeldahl de 500ml. Adicionar / 130 ml de ácido sulfúrico concentrado e levar ao digestor até desprendimento de fumaças brancas, prosseguindo por algum tempo ainda o aquecimento. Repetir a operação caso o TiO_2 não haja se dissolvido. Deixar esfriar e passar para balão aferido de 2000 ml, completando o volume do balão com água destilada.
1 ml dessa solução contém 1 mg de TiO_2.

b) Levantamento da Curva do TiO_2

Nº 1) - Pipetar da solução padrão de TiO_2, volumes crescentes (tais / como, 1 ml, 2 ml, 3 ml, etc.) e colocá-los em balões aferidos de 100 ml.

Nº 2) - Adicionar a cada balão 50 ml de água destilada, e aos pouco, / 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, d= 1.84, e agitar bem.

Nº 3) - Deixar esfriar e juntar a cada balão 1 ml de peróxido de Hidrogênio a 100 volumes (ou 10 ml de H_2O_2 a 30 vol.), devendo / aparecer coloração amarela.

Nº 4) - Completar o volume dos balões com água destilada fervida. / Agitar bem para uniformizar.

Nº 5) - Passar para tubos do Eletrofotômetro e fazer a leitura na escala A do Eletrofotômetro Fisher, usando o filtro 425 - B - azul.

Nº 6) - Em papel milimetrado, lançar na ordenada (eixo dos y) os valôres lidos na Escala A do Eletrofotômetro e na abcissa (eixo / dos x) os valôres correspondentes à concentração em TiO_2. Determinam-se assim pontos, cuja ligação tende a se aproximar de uma reta.

Nº 7) - Determinar o Fator de calibração usando a fórmula: $F = \frac{C}{R}$ em que C = concentração da solução Padrão e R = leitura da solução Padrão na Escala A do Eletrofotômetro Fisher - Mod. / AC.

Nº 8) - Preparar um Blank para aferir ao zero o Eletrofotômetro, usando todos os reagentes, com exceção da solução padrão.

++++++++++++++++++

Há outras maneiras de preparação de solução Standard de Titânio. Assim, E.B.SANDELL em seu livro "Colorimetric Determination of Traces of Metals", second edition, revised and enlarged, 1950, pg. 575, recomenda a seguinte solução padrão:

Solução padrão de TiO_2: - Pesar 2,21 gramas de oxalato de Potássio e Titânio $K_2\ TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2OH_2$ recristalizado e sêco e colocar em Kjeldahl de 500ml. Adicionar 8 gramas de sulfato de amônio e 100ml de ácido sulfúrico concentrado. Aquecer, gradualmente, à ebulição por 5 a 10 minutos. Esfriar e passar a solução para / 700-800ml de água. Depois de frio, diluir a 1000 ml.
1 ml dessa solução contém 0,5 mg de TiO_2.

++++++++++++++++++

15. DETERMINAÇÃO DO MANGANÊS TROCÁVEL - Método colorimétrico.

Para a determinação do Manganês trocável há 2 caminhos a seguir:

a) - Usar 25 ml do "filtrado R", descrito no § 14, - Nº 2, ou

b) - Efetuar nova extração, com operações do Nº 1 até o Nº 4 idênticas as que foi dito para a Determinação do Cálcio Trocável, no § 10, e continuar a seguinte marcha analítica:

Nº 5) - Pipetar 100ml do filtrado b), (ou 25 ml do "filtrado R", exposto em a), para erlenmeyer de 250 ml e concentrar a 60-70ml (ou à secura a). Adicionar 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, d = 1,84, e aquecer até desprendimento de fumaças brancas. Juntar 5 ml de ácido nítrico concentrado, d = 1.40 e 0.5 ml de nitrato de Prata a 4%. (Diluir com OH_2 destilada fervida o conteúdo referido na letra a).

Nº 6) - Adicionar à solução bem quente do Nº 5, uma grama de Persulfato de Potássio (ou Persulfato de Amônio) sólido e deixar ferver 2 minutos, deixando ainda 15 minutos em fogo brando (tempo sufiente para a transformação do Mn^{++} em MnO_4^-)

Nº 7) - Deixar esfriar e passar a solução para balão aferido de 100ml, lavando bem o erlenmeyer com água destilada fria recém-fervida, até completar o volume do balão.

Nº 8) - Agitar bem a solução para uniformizar, e passar para tubo próprio do Eletrofotômetro Fisher e fazer a leitura, usando o filtro 425 - B de côr azul,

++++++++++++++++++++

DETERMINAÇÃO DA CURVA DO MANGANÊS

a) Preparo da solução padrão de SO_4Mn - Pesar exatamente 0,1975 grama de Permanganato de Potássio pró-análise, e colocar em balão de Kjeldahl de 500ml. Juntar 100ml de água destilada recém-fervida. Acrescentar vagarosamente 50 ml de ácido sulfúrico / concentrado e 2 gramas de sulfito ou bisulfito de sódio, e levar ao digestor até desprendimento de fumaças brancas, continuando o aquecimento até eliminar todo o excesso de SO_2. Esfriar, lavar bem o Kjeldahl para balão aferido de 1000ml, com água destilada fria e recém-fervida, até completar o volume do balão.

1 ml dessa solução contém 0,0025 ME Mn^{++} ou

1 ml dessa solução contém 0,000 085 gr de MnO

b) - Levantamento da Curva do Manganês

Nº 1) - Pipetar volumes crescentes (tais como: 1 ml, 2 ml, 3 ml, etc.) da solução padrão de SO_4Mn, para erlenmeyer de 250ml.

Nº 2) - Juntar a cada erlenmeyer 60 ml de água destilada recém-fervida, aquecer e adicionar 5 ml de ácido nítrico concentrado, d= 1.40, e 0,5 ml de Nitrato de Prata a 4 %.

Nº 3) - À solução bem quente, juntar a cada erlenmeyer, 2 gramas de Persulfato de Potássio (ou Persulfato de Amônio) sólido e deixar / ferver 2 minutos, deixando ainda 15 minutos em fogo brando.

Nº 4) - Deixar esfriar, e passar cada solução para um balão aferido de 100ml, lavando bem o erlenmeyer com água destilada fria recém-fervida, até completar o volume do balão. Agitar bem para / uniformizar.

Nº 5) - Passar para tubos do Eletrofotômetro, fazer a leitura na Escala A do Eletrofotômetro Fisher e usar o filtro 425-B -azul.

Nº 6) - Em papel milimetrado, lançar na ordenada (eixo dos y) os valores lidos na Escala A do Eletrofotômetro, e na abcissa (eixo / dos x), os valores correspondentes à concentração em Mn^{++}. . / Determinam-se assim pontos, cujas ligações tendem a se aproximar de uma reta.

Nº 7) - Determinar o fator de calibração usando a fórmula: $F = \frac{C}{R}$ em que C = concentração da solução Padrão; e R = leitura da solução padrão na Escala A do Eletrofotômetro Fisher. Mod-AC.

Nº 8) - Preparar um Blank para aferir ao zero o Eletrofotômetro, usando todos os reagentes, com exceção, da solução padrão.

++++++++++++++++++++++++

16. DETERMINAÇÃO DO FÓSFORO ASSIMILÁVEL - Método colorimétrico

Nº 1) - Pesar exatamente 2 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em garrafas de Stohmann ou em erlenmeyer, juntando com pipeta 400ml da solução extratora de Truog.

Nº 2) - Levar os erlenmeyers ou garrafas de Stohmann a um agitador mecânico durante 30 minutos.

Nº 3) - Filtrar em papel de filtro duplo, para becker de 400ml até / que o filtrado passe limpo.

Nº 4) - Tomar o filtrado e passá-lo para balão aferido de 50ml, juntando após aferimento, 1 ml da solução sulfúrica de molibdato de amônio.

Nº 5) - Agitar bem e juntar 2 gôtas de cloreto estanoso recém-preparado. Agitar novamente e esperar 15 minutos (tempo suficiente para máximo desenvolvimento de côr azul) e passar a solução / para tubo próprio do Eletrofotômetro, fazendo a leitura na / Escala A e usando no Eletrofotômetro Fisher o filtro 650-A / de côr vermelho.

Nº 6) - Se a coloração azul fôr muito intensa será necessário fazer diluições, isto é, tomar um volume certo da solução e completar o volume com solução de Truog. Neste caso, o resultado obtido deverá ser multiplicado pela diluição.

++++++++++++++++++++

1 ml = 50 mcg
1 ml = 5 mcg

DETERMINAÇÃO DA CURVA DO FÓSFORO

a) - Preparo da solução padrão de P_2O_5: - Pesar exatamente / 0,0958 grama de fosfato mono potássico PO_4H_2K, colocar em balão aferido de 1000ml e completar o volume com água destilada. Pipetar 50ml dessa solução para balão aferido de 500ml e completar o volume com água destilada.

1 ml dessa solução contém 0,005 mg de P_2O_5

++++++++++++++++++++

b) - Solução extratora de Truog: - Pipetar 20ml de uma solução / N/10 de ácido sulfúrico de fator = 1 e passar para um balão / aferido de 1000ml. Juntar 3 gramas de sulfato de amônio e água destilada até completar o volume do balão.
Tem-se, assim, uma solução de H_2SO_4 0,002 N tamponada com sulfato de amônio, cujo pH = 3.

++++++++++++++++++++

c) - Solução sulfúrica de molibdato de amônio:

1) - Pesar 25 gramas de molibdato de amônio e dissolvê-las em / 200ml de água destilada quente, 60 - 80ºC, com agitação. Filtrar em algodão de vidro, e esfriar bem a solução em geladeira.

2) - Em becker de 2000ml, juntar 500ml de água destilada e / acrescentar, vagarosamente, 280ml de ácido sulfúrico concentrado, d = 1,84, cercando o recipiente com água gelada e quando a solução estiver bem fria levá-la a um agitador mecânico e acrescentar de um funil de decantação, a solução de molibdato de amônio, descrita em 1). Quando bem fria, passar a solução para balão aferido de 1000 ml completando o volume com água destilada fria, guardar a solução em frasco escuro e conservar em geladeira.

++++++++++++++++++

d) - Solução de Cloreto Estanoso: - Pesar 0,5 grama de cloreto / estanoso não oxidado e dissolvê-la em 20 ml de ácido clorídrico concentrado. Deixar ferver até clarear e passar para conta-gôta. Essa solução só tem valor quando recém-preparada.

++++++++++++++++++

e) - Levantamento da Curva do Fósforo:

Nº 1 - Pipetar volumes crescentes (tais como: 1 ml; 1,2 ml; 1,4ml; etc.) da solução padrão de P_2O_5 para balões aferidos de 100ml.

Nº 2) - Juntar a cada balão 1 ml da solução sulfúrica de molibdato de amônio (exposta no item c) e completar o volume do balão com a solução extratora de Truog (exposta / no item b).

Nº 3 - Adicionar a cada balão 2 gôtas da solução de cloreto estanoso (exposta no item d), agitar bem, esperar 15 minutos e passar para tubo próprio do Eletrofotômetro Fisher, fazendo a leitura na Escala A e usando o filtro / 650-A de côr vermelho.

Nº 4 - Em papel milimetrado, lançar na ordenada (eixo dos y) os valores lidos na Escala A do Eletrofotômetro, e na abcissa (eixo dos x), os valores correspondentes à concentração em P_2O_5.
Determinam-se, assim, pontos de cuja ligação resulta / uma curva, mas que tende a se aproximar de uma reta.

Nº 5 - Determinar o "Fator de calibração" usando a fórmula / $F = \frac{C}{R}$ em que C = concentração da solução padrão; / e R = leitura da solução padrão na Escala A do Eletrofotômetro Fisher Mod. - AC.

Nº 6 - Preparar um Blank para o Eletrofotômetro, tomando 50ml da solução de Truog e 1 ml da solução Sulfomolibdica, a fim de aferí-lo ao zero.

+++++++++++++++++++

17. DETERMINAÇÃO DO pH INTERNACIONAL

Nº 1) - Pesar exatamente 30 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em becker de 100ml.

Nº 2) - Juntar a cada becker, 30 ml de água destilada e agitar bem / com bastão de vidro.

Nº 3) - Deixar em repouso por 24 horas e determinar o pH, usando potenciômetro com eletrodo de vidro e imergindo-o sòmente no líquido sobrenadante.

++++++++++++++++++++

18. DETERMINAÇÃO DO pH EM ClK N.

Nº 1) - Pesar exatamente 30 gramas de T.F.S.A. e colocá-las em becker de 100 ml.

Nº 2) - Juntar a cada becker 30 ml de uma solução normal de Cloreto de potássio e agitar bem com bastão de vidro.

Nº 3) - Deixar em repouso por 24 horas e determinar o pH, usando potenciômetro com eletrodo de vidro e mergulhado-o apenas no líquido sobrenadante.

++++++++++++++++++

19. DETERMINAÇÃO DO Al^{+++} TROCÁVEL

Nº 1) - Pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. e passá-las para tubo percolador ao qual se adaptou rodelas de papel de filtro.

Nº 2) - Adicionar, com pipeta, 100ml de cloreto de potássio normal e receber o percolado em erlenmeyer de 250ml. Êste será o / Percolado 1.

Nº 3) - Terminada a primeira percolação, adicionar com pipeta mais / 100ml de cloreto de potássio normal e receber o percolado em erlenmeyer de 250ml. Êste será o Percolado 2.

Nº 4) - Agitar o Percolado 1 e pipetar 50ml para becker de 250ml. / Juntar 3 gôtas de fenolftaleina a 1% e titular com Hidróxido de Sódio N/10 de fator = 1, Sendo:

ml OHNa N/10 gastos x fator x 2 = p_1

Nº 5) - Agitar o Percolado 2 e pipetar 50 ml para becker de 250ml. Juntar 3 gôtas de fenolftaleína a 1% e titular com Hidróxido de Sódio N/10 de fator = 1, Sendo:

ml de OHNa N/10 gastos x fator x 2 = p_2

CÁLCULOS

Efetua-se o cálculo do Alumínio trocável mediante a equação hiperbólica:

$$\frac{1}{F_1} = \frac{2}{y_2} - \frac{1}{y_1}$$

em que:

F_1 = teor de Al^{+++} trocável em ME/100 gr T.F.S.A.

$y_2 = p_1 + p_2$

$y_1 = p_1$

Portanto:

$$F_1 = \frac{y_2 y_1}{2y_1 - y_2}$$

++++++++++++++++++++++++++

20. DETERMINAÇÃO DO H^+ TROCÁVEL

Nº 1) - Pesar exatamente 10 gramas de T.F.S.A. e passá-las para tubo percolador ao qual se adaptou rodelas de papel de filtro.

Nº 2) - Adicionar, com pipeta, 100ml de solução de acetato de cálcio normal e receber o percolado em erlenmeyer de 250ml. Êste / será o Percolado 3.

Nº 3) - Terminada a primeira percolação, adicionar com pipeta mais / 100ml de solução de acetato de cálcio normal e receber o / percolado em erlenmeyer de 250ml. Êste será o Percolado 4.

Nº 4) - Agitar o Percolado 3 e pipetar 50ml para becker de 250ml. Juntar 3 gôtas de fenolftaleína a 1 % e titular com OHNa N/10, fator = 1, Sendo:

ml OHNa N/10 gastos x fator x 2 = p_3

Nº 5) - Agitar o Percolado 4 e pipetar 50ml para becker de 250ml. Juntar 3 gôtas de fenolftaleína a 1 % e titular com OHNa N/10, fator = 1, Sendo:

ml OHNa N/10 gastos x fator x 2 = p_4

CÁLCULOS

Efetua-se o cálculo do Hidrogênio trocável mediante a equação hiperbólica:

$$\frac{1}{F_2} = \frac{2}{y_4} - \frac{1}{y_3}$$

em que:

F_2 = teor de H^+ trocável em ME/100 gr T.F.S.A.

$y_4 = p_3 + p_4$

$y_3 = p_3$

Portanto:

$$F_2 = \frac{y_4 y_3}{2y_3 - y_4}$$

++++++++++++++++++++++++

21. SOMA DAS BASES PERMUTÁVEIS

Quando se efetuam as determinações dos Parágrafos 10, 11, 12 / e 15, a soma das Bases Trocáveis, ou Permutáveis, é obtida reunindo-se os valores encontrados de: Ca^{++}, Mg^{++}, K^+, Na^+ e Mn^{++}. Representando-se por S a soma das bases trocáveis, teremos:

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

++++++++++++++++++++++++

22. CAPACIDADE TOTAL DE SORÇÃO

A capacidade total de sorção representa-se por T e se obtém adicionando o S obtido no § 21 com os valores de Al^{+++} trocável e / H^+ trocável obtidos nos parágrafos 19 e 20. Logo:

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

23. ÍNDICE DE SATURAÇÃO

Representa-se pela letra V e se obtém tomando-se os valores encontrados nos § 21 e § 22 e aplicando a fórmula:

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

++++++++++++++++++++

24. VOLUME TOTAL DE POROS

Determinando-se a densidade real e a densidade aparente do solo, conforme ficou descrito nos § 5 e § 4, acha-se fàcilmente o "Volume Total de Poros" (V.T.P.) usando a seguinte fórmula:

$$V.T.P. = \frac{\text{Densidade real - Densidade aparente}}{\text{Densidade real}} \times 100$$

++++++++++++++++++++++++

25. PORCENTAGEM DO VOLUME DO SOLO OCUPADO PELA MATÉRIA SÓLIDA

Determina-se esse valor, empregando os resultados obtidos nos § 4 e § 5, segundo a relação:

$$\% \text{ do volume ocupado pela matéria sólida} = \frac{\text{Densidade aparente}}{\text{Densidade real}}$$

++++++++++++++++++++

26. POROSIDADE NATURAL

Será determinada tirando-se de 100, o valôr encontrado no § 25.

Porosidade natural = 100 - % do vol.ocup. p/Matéria Sólida.

++++++++++++++++++++

27. PORCENTAGEM DE AR ENCONTRADO POR VOLUME DE SOLO NATURAL

É determinado retirando-se da Porosidade natural a água encontrada nos 100cc. de amostra volumétrica.

% Ar = Porosidade natural - água encontrada nos 100cc. de amostra volumétrica.

+++++++++++++++++++

28. ÍNDICE ki NO SOLO

O índice ki foi proposto por HARRASSOWITZ e representa a relação molecular entre as porcentagens de Sílica e Alumina e que se calcula pela seguinte fórmula:

$$ki = \frac{\frac{SiO_2\%}{60}}{\frac{Al_2O_3\%}{102}}$$

ou simplesmente:

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

++++++++++++++++++++

29. ÍNDICE kr NO SOLO

O índice kr foi, também, lembrado por HARRASSOWITZ, mas pouco usado por êle e que se calcula pela seguinte fórmula:

$$kr = \frac{\frac{SiO_2\%}{60}}{\frac{Al_2O_3\%}{102} + \frac{Fe_2O_3\%}{160}} = \frac{1,7\ SiO_2\%}{Al_2O_3\% + 0,6375\ Fe_2O_3\%}$$

++++++++++++++++++

30 - DETERMINAÇÃO DA CÔR DO SOLO

Essa determinação é feita comparando-se o solo coletado com "The Munsell Color Chart" até perfeito enquadramento, e anotando-se " HUE ", "VALUE" e "CHROMA"

Na Carta de Munsell, "Hue" está localizado no lado direito da parte superior de cada página; "Value" representa a ordenada, e "Chroma" a abcissa.

++++++++++++++++

31 - INTERPRETAÇÃO DA FERTILIDADE

A fertilidade de um solo póde ser interpretada com os resultados químico-analíticos, obtidos no Laboratório, ou com valores conseguidos através de experimentos.

Os resumos apresentados referem-se a dados químico-analíticos, e não oferecem rigidez, podendo ser alterados.

pH	
abaixo de 4,50	muito ácido
de 4,50 a 5,50	ácido
de 5,50 a 6,50	fracamente ácido
7,00	neutro
de 7,50 a 8,50	fracamente alcalino
de 8,50 a 9,50	alcalino
acima de 9,50	fortemente alcalino.

++++++++++++++++++++++

Carbono Orgânico			e	Nitrogênio Total	
em gramas /100gr T.F.S.A.				em gramas /100gr T.F.S.A.	
abaixo de	0,800	teor baixo		abaixo de	0,080
de 0,800 a	1,500	teor médio		de 0,080 a	0,150
acima de	1,500	teor alto		acima de	0,150

++++++++++++++++

Fósforo Assimilável			e	Potássio Trocável	
em ME PO_4^{---}/100gr T.F.S.A.				em ME K^+ /100gr T.F.S.A.	
abaixo de	0,2	teor baixo		abaixo de	0,2
de 0,2 a	0,5	teor médio		de 0,2 a	0,5
acima de	0,5	teor alto		acima de	0,5

++++++++++++++++++

Magnésio Trocável			e	Manganês Trocável	
em ME Mg^{++} /100gr T.F.S.A.				em ME Mn^{++} /100gr T.F.S.A.	
abaixo de	0,5	teor baixo		abaixo de	0,5
de 0,5 a	1,50	teor médio		de 0,5 a	1,00
acima de	1,50	teor alto		acima de	1,00

++++++++++++++++++

Hidrogênio Trocável			e	Cálcio Trocável	
em ME H^+ /100gr T.F.S.A.				em ME Ca^{++} /100gr T.F.S.A.	
abaixo de	1,50	teor baixo		abaixo de	1,50
de 1,50 a	3,50	teor médio		de 1,50 a	3,50
acima de	3,50	teor alto		acima de	3,50

++++++++++++++++++

Índice de Saturação

muito baixo	até	25%
baixo	de 25 a	40%
médio	de 40 a	60%
bom	de 60 a	70%
alto	acima de	70%

++++++++++++++++++

2ª PARTE

PREPARO DAS SOLUÇÕES

2ª P A R T E

PREPARO DAS SOLUÇÕES USADAS

1 - Permanganato de Potássio Normal (MnO_4K N)

Pesar 32,700 gramas de MnO_4K cristalizado, dissolvê-las em 800 ml / de água destilada, e filtrar em algodão de vidro, para balão aferido de 1000ml, completando o volume com água destilada. Passar a solução para frasco escuro e depois de 14 dias titulá-la com oxalato de sódio.

NOTA: A solução obtida é um pouco mais forte que a Normal, entretanto, será fácil corrigi-la para fator = 1,000, usando MnO_4K N/100.

++++++++++++++++++

2 - Titulação do Permanganato de Potássio Normal

Pesar exatamente 2 gramas de Oxalato de Sódio prèviamente dessecado em estufa, dissolvê-las em 200ml de água destilada a 70ºC. Adicionar cerca de 70 ml de H_2SO_4 a 20% e titular, à quente, com o Permanganato / de Potássio Normal, até leve coloração róseo permanente.

NOTA: Se o $C_2O_4Na_2$ tiver 100% de pureza, as 2 gramas tomadas, em uma / solução Normal, deverão estar contidas em 29,8476ml de água destilada, e portanto, na titulação com Permanganato de Potássio Normal será também essa quantidade (29,8476ml) a ser gasta de Permanganato de Potássio, quando o fator = 1,000. Suponhamos que foram gastos 29,84ml de MnO_4K. Seu fator será: 29,8476 ÷ 29,84 = 1,0002

++++++++++++++++++++

3 - Ácido Oxálico Normal $(COOH)_2$ N

Pesar 52 gramas de ácido oxálico anidro, dissolvê-las em 800 ml de água destilada, filtrar para balão aferido, completando o volume com / água destilada.

NOTA: Essa solução deve ser um pouco mais forte que a Normal, e precisa ser corrigida titulando-a com a solução do nº 1 de fator conhecido.

4 - Titulação do Ácido Oxálico Normal.

Pipetar 25 ml da solução nº 3, diluir com água destilada a 60ºC, a 100ml. Juntar 60 ml de H_2SO_4 a 20% e titular, à quente, com o / MnO_4K N de fator = 1,000, obtido no nº 2.

NOTA: Se o ácido oxálico estiver exatamente Normal deverá consumir, / exatamente, 25 ml de MnO_4K N fator = 1,000.

++++++++++++++++++

5 - PERMANGANATO DE POTÁSSIO N/100.

Pipetar 10 ml de MnO_4K N de fator = 1 e diluir com água destilada fervida a 1000ml.

Essa solução servirá para corrigir o fator do MnO_4K Normal, ou / decinormal.

++++++++++++++++++

6 - ÁCIDO SULFÚRICO NORMAL H_2SO_4 N

O ácido sulfúrico concentrado, d = 1,84, é aproximadamente a 96 %, sendo 1,84 o pêso de 1 ml da solução.

Tomando-se o pêso molecular do ácido sulfúrico e determinando-se o equivalente grama encontramos 49,038 gramas. Logo, para termos uma solução Normal precisamos ter 49,038 gramas de H_2SO_4 em 1000ml de água / destilada. Admitindo que o H_2SO_4 d= 1,84 seja a 96% temos: 1,84 x / 0,96 = 1,7664 grama e 49,038 ÷ 1,7664 = 27,7615, ou aproximadamente / 28 ml de H_2SO_4 d = 1,84 que deve ser medido em provêta e ajuntado vagarosamente, com agitação, à água destilada existente em becker. Depois de fria a solução é passada a um balão aferido de 1000ml.

NOTA: A solução assim preparada, deve ser um pouco mais forte que a Normal e será corrigida mediante adição de água destilada e necessita ser titulada.

++++++++++++++++++++

7 - TITULAÇÃO DO H_2SO_4 NORMAL

Os ácidos fortes (sulfúrico, clorídrico, nítrico, etc.) podem ser titulados com Carbonato de Sódio puro, em que haja sido prèviamente dessecado em estufa, usando-se como indicador o metilorange (pH 2,9 - 4,0), que é vermelho em meio ácido, laranja, em neutro, e amarelo em meio básico.

Uma solução Normal de carbonato de Sódio anidro é aquela que tem / 53,002 gramas do sal puro e sêco, dissolvidas em 1000ml de água destilada fria.

Para titular uma solução Normal de ácido sulfúrico, ácido clorídrico ou ácido nítrico não será necessário pesar as 53,002 gramas do sal puro e sêco e diluí-las com água destilada e aferir o balão a 1000ml. Basta pesar, com rigor, 3 ou 4 vêzes, certo número de gramas de carbonato de sódio, puro e sêco, como por exemplo: 1,590 grama, colocar em erlenmeyer, juntar 200ml de água destilada e 3 gôtas de metilorange e titular com um dos ácidos forte cujo fator se deseja determinar. Se o ácido forte estiver exatamente normal deve gastar com precisão 30ml, visto que 1,590 gr CO_3Na_2 / Normal deverá estar contido em 30 ml da solução.

++++++++++++++++++++++

8 - HIDRÓXIDO DE SÓDIO NORMAL OHNa N

Pesar, aproximadamente, 60 gramas de Hidroxido de Sódio em bastões / ou "pellet" e dissolvê-las em 800ml de água destilada. Deixar esfriar e passar a um balão aferido de 1000ml, completando o vol. com OH_2 dest.

NOTA: A solução obtida deve ser mais forte que a Normal e deve ser titulada com HCl ou H_2SO_4 Normal, de fator conhecido usando a fenolftaleína como indicador.

++++++++++++++++++++

9 - SOLUÇÃO DECINORMAL N/10

As soluções N/10 de Ácido Sulfúrico, Ácido Nítrico, Ácido Clorídrico, Hidróxido de Sódio, etc. são preparadas tomando-se de uma solução Normal titulada delas de fator = 1.000 e pipetando 100ml para balão aferido de 1000ml e completando o volume do mesmo com água destilada.

NOTA: É conveniente efetuar nova titulação.

10 - SOLUÇÃO N/20 ou 0,05 N

Pipetar 50 ml de uma solução Normal de ácido ou base de fator = 1.000 e diluir com água destilada em balão aferido de 1000ml até completar o volume.

NOTA: É conveniente efetuar nova titulação.

++++++++++++++++++++

11 - REATIVO -I de LORENZ

O Reativo I de LORENZ é composto de duas soluções:

Solução A: - Dissolver 50 gramas de Sulfato de amônio limpo e sêco em 400ml de ácido nítrico d = 1,36. Passar a solução para balão aferido de 500ml e completar o volume do mesmo com HNO_3 d = 1,36.

Esfriar essa solução em geladeira.

Solução B: - Pesar 150 gramas de Molibdato de Amônio e dissolvê-las, aos pouco, em água destilada fervente, cujo volume não deve / atingir 500ml, contida em becker de 2000ml.

Ligar um agitador mecânico e só acrescentar nova quantidade de Molibdato de Amônio, quando a anterior tiver sido dissolvida. Após / completa dissolução esfriar a solução e passá-la a um balão aferido de 500ml, completando o volume com água destilada.

PREPARO DO REATIVO- I de LORENZ

Colocar a Solução A em becker de 2000ml que foi cercado externamente de gêlo. Ligar um agitador mecânico e deixar cair de um funil de decantação, em filete bem fino, a Solução B, bem fria, sôbre a Solução A

Passar para frasco escuro, conservar em geladeira e filtrar depois de 48 horas, antes de usar.

++++++++++++++++

12 - ÁCIDO NÍTRICO d = 1,36

Medir 395ml de ácido nítrico d = 1,42 e diluir com água destilada a 500ml. Tirar a densidade à temperatura em que foi graduado o densímetro e acertar a solução ao ponto desejado.

++++++++++++++++++

13 - ÁCIDO NÍTRICO d = 1,20 - Reativo-II de LORENZ

Medir 500ml de ácido nítrico d = 1,40 e juntar a 700ml de água destilada. Tirar a densidade como foi dito no nº 12.

++++++++++++++++++

14 - ÁCIDO NÍTRICO CONTENDO ÁCIDO SULFÚRICO - Reativo-III de LORENZ

Ajuntar, pouco a pouco, 30 ml de ácido sulfurico concentrado / d = 1,84 em um litro de solução de ácido nítrico d = 1,20.

++++++++++++++++++

15 - SOLUÇÃO DE FORMOL (indicador)

Pesar 1,000 grama de fenolftaleina e dissolvê-la em 1500ml de Formol a 40%. Neutralizar a solução com OHNa N/100.

++++++++++++++++++

16 - BROMOCRESOL PÚRPURA (indicador)

Pesar 0,100 grama de bromocresol púrpura e juntar 9 ml de OHNa 0,02 N. Juntar água destilada e aferir em balão a 200ml (pH 5,2 - 6,8) Êsse indicador é "amarelo", em meio ácido, e púrpura, em básico.

++++++++++++++++++

17 - VERMELHO DE METILA (indicador)

Dissolver em 60 ml de álcool etílico a 95 G.L. 0,200 grama de vermelho de metila. Completar a 100ml com água destilada. (pH 4,2 - 6,3)
Êsse indicador é "vermelho" em meio ácido e amarelo, em básico.

++++++++++++++++++

18 - FENOLFTALEINA (indicador)

Pesar 1.000 grama de fenolftaleína e dissolver em álcool etílico a 95 G.L., completando o volume a 100ml. (pH 8,3 - 10,0)
Neutralizar com OHNa N/100.
Êsse indicador é "incolor" em meio ácido e vermelho, em básico.

++++++++++++++++++

19 - METIL ORANGE (indicador)

Pesar 0,100 grama de metilorange, dissolver em 100ml de água destilada e filtrar. (pH 2,9 - 4,0)
Êsse indicador é "vermelho" em meio acido e amarelo, em básico.

++++++++++++++++

20 - HIDRÓXIDO DE AMÔNIO (1 + 1)

Tomam-se volumes iguais de hidróxido de amônio concentrado e de água destilada e misturam-se. Por exemplo: 10 ml de $OHNH_4$ e 10 ml / de água destilada.

++++++++++++++++

21 - ÁCIDO CLORÍDRICO (1 + 9)

Juntam-se a 9 volumes de água destilada um volume de HCl concentrado. Por exemplo: 9 ml de OH_2 dest. e, 1 ml de HCl conc.

22 - SOLUÇÃO SATURADA DE OXALATO DE AMÔNIO

Toma-se um volume qualquer de água destilada e acrescenta-se Oxalato de amônio até que o sal não se dissolva mais, ficando depositado no fundo do vasilhame após intensa agitação.

++++++++++++++++++

23 - ÁCIDO SULFÚRICO A 10%

Juntar pouco a pouco, 10 ml de ácido sulfúrico concentrado a 90ml de água destilada fria, com agitação.

Para maior exatidão, medir 67,974 ml de uma Solução 3 Normal de H_2SO_4 de fator = 1 e aferir a 100 ml com água destilada.

++++++++++++++++++++++

24 - NITRATO DE PRATA N/10

Pesar 17,5 gramas de NO_3Ag. pró-análise e diluir com água destilada a 1000ml em balão aferido, passando em seguida a solução para frasco / escuro.

NOTA: Essa solução deve ser um pouco mais forte que N/10 e precisa / ser titulada com solução de Cloreto de Potássio N/10, usando / como indicador cromato de potássio.

++++++++++++++++++++

25 - CROMATO DE POTÁSSIO (indicador)

Dissolver 5 gramas de CrO_4K_2 em 100 ml de água destilada. Usar 1 ml do indicador.

++++++++++++++++++++

26 - CLORETO DE POTÁSSIO NORMAL - Solução Standard

Colocar em pesa filtro cêrca de 80 gramas de Cloreto de Potássio / pró-análise e deixá-lo em estufa regulada a 105ºC pelo menos 5 horas. Retirar e deixar esfriar em dessecador e pesar exatamente 74,5530 gramas do sal e diluir com água destilada, completando a 1000 ml, em balão aferido. Tem-se assim uma solução Normal e Standard de Cloreto de Potássio

27 - SOLUÇÃO DE CLORETO DE POTÁSSIO N/10 - Standard

Pipetar 100 ml da solução normal de ClK do nº 26, passá-la para balão aferido de 1000ml e completar o volume com água destilada, ou pesar exatamente 7,4553 gramas de ClK puro dessecado em estufa a 105ºC ; pelo menos 5 horas.

++++++++++++++++++

28 - ÁCIDO ACÉTICO 2N

Medir 200 ml de ácido acético glacial, que tenha no mínimo 99,7% de CH_3COOH, e diluir com água destilada a 1000ml em balão aferido.

NOTA: A solução obtida deve ser um pouco mais forte que 2 Normal e deve ser titulada com hidróxido de sódio de fator conhecido, usando-se fenolftaleina como indicador.

++++++++++++++++++

29 - COBALTIHEXANITRITO DE SÓDIO

Êsse reativo consta de duas soluções:

Solução A: - Pesar 25 gramas de $(NO_3)_2Co.6OH_2$, dissolvê-las em 50 ml de água destilada e acrescentar 12,5 ml de ácido acético glacial.

Solução B: - Pesar 109 gramas de NO_2Na e colocá-las em becker / de 600ml. Juntar 150 ml de água destilada e aquecer ligeiramente até completa dissolução do sal. Deixar esfriar e aferir o volume a 210ml.

PREPARO DO REATIVO

Colocar a Solução B acima descrita, em erlenmeyer de 500ml e juntar à Solução A.

Passar durante 2 horas uma corrente de ar, para eliminação completa do NO_2. Deixar em repouso por 24 horas e filtrar para recipiente escuro.

++++++++++++++++++

30 - CARBONATO DE SÓDIO A 5%

Pesar 5 gramas de CO_3Na_2 e diluir com água destilada a 100ml.

++++++++++++++++++

31 - ACETATO DE CÁLCIO NORMAL

Prepara-se essa solução pesando 100 gramas de acetato de cálcio e diluindo a 1.000ml com água destilada. Baixa-se a temperatura a 18ºC e com densímetro faz-se a leitura. Quando, d = 1,04934, a 18ºC a solução é normal.

Póde essa solução ser preparada mediante ajuste de pH a 7 com / ácido acético glacial, após dissolução do sal em água destilada.

++++++++++++++++++

32 - ACETATO DE AMÔNIO 2 NORMAL

Pesa-se 200 gramas de acetato de amônio e dilui-se com água destilada a 1.000ml.

Determinar a densidade a 25ºC e quando esta fôr d = 1,0282 a solução é 2 Normal.

++++++++++++++++++

33 - ÁCIDO CLORIDRICO NORMAL

Medir 86 ml de HCl concentrado d = 1,19 e ajuntar a 800ml de água destilada. Completar o volume em balão aferido de 1000ml, com água / destilada.

NOTA: Essa solução é um pouco mais forte que a Normal e precisa ser / titulada como foi dito no nº 7.

++++++++++++++++++

34 - ÁCIDO CLORIDRICO N/10

Pipetar 100 ml da solução Normal de HCl de fator 1 e diluir a / 1.000ml em balão aferido.

NOTA: É conveniente efetuar nova titulação.

++++++++++++++++++

35 - ÁCIDO NÍTRICO NORMAL

Medir 66 ml de HNO_3 concentrado d = 1,42 e ajuntar a 800ml de / água destilada. Completar o volume em balão aferido de 1000ml, com água destilada.

NOTA: Essa solução é um pouco mais forte que a Normal e precisa ser titulada como foi dito no nº 7.

++++++++++++++++++

36 - ÁCIDO NÍTRICO N/10

Pipetar 100 ml da solução normal de HNO_3 de fator = 1, e diluir em balão aferido a 1.000ml.

NOTA: É conveniente efetuar nova titulação.

++++++++++++++++++++

37 - SOLUÇÃO SULFOCRÔMICA (para lavagem)

Em becker de 2000ml, colocar 1 litro de ácido sulfúrico concentrado. Cercar, externamente, o recipiente com água gelada e juntar, agitando com bastão de vidro, e aos pouco, 35 ml de uma solução saturada de bicromato de Potássio.

Usando-se H_2SO_4 comercial acrescenta-se 70 ml de $K_2Cr_2O_7$ saturado.

NOTA: Essa solução é usada para lavagem dos tubos do Eletrofotômetro e também, de frascos de Laboratório, etc.

++++++++++++++++++

38 - SOLUÇÃO SATURADA DE BICROMATO DE POTÁSSIO

Acrescentar $K_2Cr_2O_7$ a água destilada até que não se dissolva / mais.

++++++++++++++++++

39 - ÁCIDO SULFÚRICO d = 1,47

Juntar a 450 ml de água destilada contida em becker de 2000ml, / cercado externamente de água gelada, pouco a pouco, com agitação 481 ml de H_2SO_4 concentrado d = 1,84. Deixar esfriar, passar a balão aferido de 1.000ml e completar o volume com água destilada. Verificar com densímetro se a concentração dessa solução corresponde ao desejado ____ a 15ºC.

++++++++++++++++++

40 - ÁCIDO SULFÚRICO 1,49 NORMAL

Medir 41,6 ml de H_2SO_4 concentrado d = 1,84 e diluir a 1.000, / aferindo em balão.

NOTA: Essa solução é um pouco mais forte que 1,49 Normal e precisa / ser titulada.

++++++++++++++++++

41 - ÁCIDO CÍTRICO A 1 %

Pesar 1 grama de $C_6H_8O_7 \cdot OH_2$ e diluir com água destilada a 100ml.

++++++++++++++++++++

42 - SULFATO DE SÓDIO A 1%

Pesar 1 grama de $SO_4Na_2 \cdot 10\ OH_2$ e diluir com água destilada a / 100ml.

++++++++++++++++++

43 - CLORETO DE AMÔNIO A 10 %

Pesar 10 gramas de $ClNH_4$ e diluir com água destilada a 100 ml.

++++++++++++++++++

44 - ÁCIDO SULFÚRICO (1 + 3)

Juntar 1 ml de H_2SO_4 concentrado, a cada 3 ml de água destilada.

++++++++++++++++++++

A G R A D E C I M E N T O S

Na realização do presente trabalho, cumpre-me agradecer a todos os Auxiliares desta Secção e, em especial, aos que trabalharam na experimentação e comprovação dos resultados analíticos, cujos nomes vão abaixo, que nos permitiu êxito para a seleção de métodos em usos no I.A.N.

Maria José Oliveira Sousa
Maria de Nazareth Queiroz Botto
Osiris Leal Lôbo
Ivan Loureiro Pinho
Wilson Geraldo de Oliveira Ferreira
Luiza Damasceno da Silva
Raimundo Pereira da Silva
Marielza Cordeiro Gonçalves
Maria Leonice Novais
Rand Sales de Sousa
Terezinha Souza Dias
Helga Monteiro
Jairo Pereira
Edmilson Oliveira
Maria Bernadette Silva
Terezinha Sarmento
Emérico Marinho
Rosa Maria Gayoso
Landry Barbosa
Gladys Pereira
Waldemar Maués
Adolf Kettelbusch
João Amoêdo Ribeiro
Porfirio Pinheiro
Wilson Barbosa

Ao Dr. Paulo Plinio Baker de Abreu cumpre-me agradecer pelo Sumário em língua inglêsa.

EMBRAPA

SUMÁRIO

O presente trabalho nasceu para atender às necessidades dos Auxiliares de Laboratório, que servem na Secção de Solos do Instituto Agronômico do Norte, e está dividido em duas partes:

1ª Parte _____ Análise gravimétrica e Colorimétrica usadas no I.A.N.

2ª Parte _____ Preparo de tôdas as soluções utilizadas nas análises da 1ª Parte.

Procurando dar o máximo de clareza aos Métodos empregados para Análise de Solos no Instituto Agronômico do Norte, dividimos tôdas as operações em ordem numérica, de acôrdo com a técnica e sequência normal dos métodos utilizados.

++++++++++++++++

SUMMARY

The present manual was prepared to help the assistants of the Soil Laboratory of the Instituto Agronômico do Norte. The paper is divided as follows:

First part: - Gravimetric and colorimetric analyses used at the I.A.N.

Second part: - Preparation of the solutions used in the analyses above.

To make such instructions as clear as possible, all the operations have been numbered according to the normal sequence of the methods employed.

oooooooooooooooooo

B I B L I O G R A F I A

1) ALARCÓN, D. CAYETANO TAMÉS. - "Métodos físicos y químicos de laboratório, para el estudio de los suelos y de las tierras de cultivo", Ma- / drid, 1945.

2) ANAIS DA PRIMEIRA REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SÓLO, 1950.

3) ANAIS DA SEGUNDA REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SÓLO, 1953.

4) C.S. PIPER, D.Sc. - "Soil and Plant Analysis" - Interscience publishers, Inc., New York, 1947.

5) CATANI, R.A., GALLO, J. ROMANO e GARGANTINI, H. - "Amostragem de sólo, Métodos de análise, Interpretação e Indicações gerais para fins de / fertilidade", Bol., nº 69, do I.A.Campinas, 1955.

6) HANDBOOK OF CHEMISTRY and PHYSICS _____ Thirty-First edition, 1949.

7) KEHRIG, ADALGISO GALLOTTI e AGUIR, HILDA ALMEIDA DE. - "As relações ki e kr no solo", Bol., nº 13, do I. Q. A., 1949.

8) KEHRIG, ADALGISO GALLOTTI e AGUIR, HILDA ALMEIDA DE. - "Determinação de SiO_2, Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal do solo", Bol., nº 12, do I. Q. A.

9) KOLTHOFF, I.M. e SANDELL, E.B. - "Textbook of Quantitative Inorganic Analysis", - Third edition, Issued August, 1951.

10) MÉTODO DE ANÁLISE DE SOLOS _____ Bol., nº 11, do I.Q.A., 1949.

11) PAVAGEAU, MOACYR. - "Avaliação química da fertilidade do solo" Separata da Revista Agronomia, vol. XIII, nº 1, 1954.

12) SANDELL, E.B. - "Colorimetric Determination of Traces of Metals" - Revised and Enlarged, Second edition, 1950.

13) SETZER, JOSÉ - "Avaliação sumária da riqueza química do solo para fins agrícolas em geral", in Boletim da Agricultura, 1940.

14) SETZER, JOSÉ - "Os solos do Estado de São Paulo", 1949.

15) SOIL SURVEY MANUAL _____ U.S.Dept. Agricultura Handbook, nº 18, 1951.

16) TREADWELL, Prof. F.P., - "Tratado de Química Analítica" - Análise Quantitativa, Tomo II, Barcelona, 1943.

17) TRIEBOLD, HOWARD O. - "Quantitative analysis with applications to Agricultura and food products".

18) VETTORI, LEANDRO. - "Determinação da necessidade de cal dos solos" Bol., nº 7, do I.Q.A., 1948.

19) VETTORI, LEANDRO e FIGUEIREDO, TASSO PAES DE. - "Sôbre a determinação da sílica em solos", Bol., nº 18, do I.Q.A., 1950.