

# DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO EM PÓ DE ROCHAS COMPLEXAS UTILIZANDO A TITULAÇÃO COM EDTA

Denise Adriane Sobrinho Dias<sup>1</sup>, Alessandra Silva Gelape Faleiro<sup>1</sup>, Leide Rovênia Miranda de Andrade<sup>2</sup>; Éder de Souza Martins<sup>2</sup>; Nirceu Werneck Linhares<sup>2</sup>, Mônica Teixeira do Nascimento<sup>3</sup>, Alexandre Lopes de Souza<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Bolsista Convênio Embrapa/Unb-CNPq;

<sup>2</sup>Embrapa Cerrados, 73301-970, Planaltina, DF, leide@cpac.embrapa.br ou eder@cpac.embrapa.br

## INTRODUÇÃO

Na Embrapa Cerrados, algumas rochas, de origem ígnea, estão sendo avaliadas como fonte de nutrientes para as plantas, mas testes com solo e plantas indicam que também possuem capacidade de correção de acidez. Para caracterização quanto ao conteúdo de neutralizantes (silicatos, carbonatos) dessas rochas é necessária a determinação do Poder de Neutralização (PN). Este é um índice essencialmente químico, expresso em equivalentes de carbonatos de Ca e Mg, determinados através de uma reação rápida com ácido diluído. A determinação do Ca e de Mg nessas análises é

feita através da titulação por complexometria utilizando EDTA. Devido à composição mineralógica complexa dessas rochas, a presença de outros íons (Fe, Mn, Cu, Zn) em geral causam interferências na determinação do ponto de equivalência, detectado pela mudança da cor característica dos indicadores Eriocromo-T (para Ca+Mg) e Calcon (para Ca), em alguns casos super ou subestimando os valores de Ca e Mg determinados. Assim, torna-se necessário diminuir os efeitos dos elementos interferentes para uma correta determinação desses cátions.

O objetivo deste trabalho foi adaptar o método de determinação de Ca e Mg em rochas calcáreas, descrito por Bacchan (2001), visando diminuir os efeitos de elementos interferentes na determinação desses cátions em rochas ígneas.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Amostra de rochas moídas na fração de < 0,300 mm

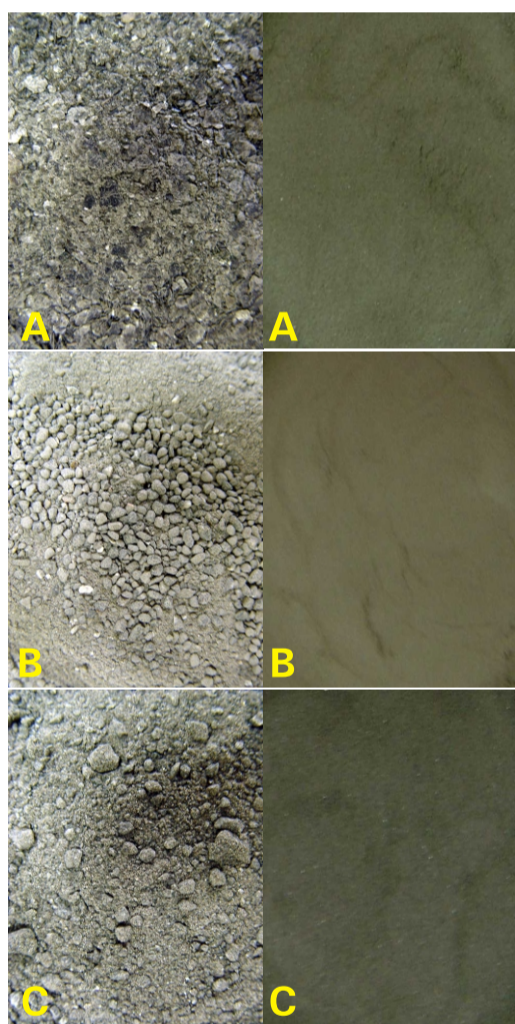


Figura 1. Rochas analisadas: biotita xisto (A), ultramáfica alcalina (B), brecha piroclástica (C) nas frações natural e < 300 mm.

Metodologias de detecção de Ca e Mg metodologia utilizada no LASP da Embrapa Cerrados - Vieira (1999)

Reação dos materiais com HCl 6 N;  
Titulação do extrato com EDTA em presença de KCN-KOH.

metodologia adaptada de Bacchan (2001)

Reação dos materiais com HCl 50 % (v/v);  
Filtragem dos extratos para retenção de sílica;  
Titulação do extrato com EDTA em presença de ácido ascórbico, Trietanolamina e NaOH.

Teores totais de Ca e Mg - análises realizadas no LAGEQ - IG/UnB

Tabela 2. Análise química dos teores totais das rochas (FONTE: Laboratório de Geoquímica da UnB, projeto institucional N° 01.2002.355.03). Elementos maiores (A) e elementos traços (B).

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	MgO	PF	Total
1	25,91	5,56	12,11	0,07	2,72	1,06	0,07	0,58	22,91	5,9	24,31	101,12
2	25,22	5,47	11,07	0,56	2,64	1,48	0,56	0,68	22,83	6,04	24,03	100,02
3	48,33	10,34	10,17	0,8	0,3	4,83	0,8	0,04	4,22	16,92	2,9	98,95
4	49,63	9,88	10,58	1,31	0,35	4,88	1,31	0,08	4,73	15,81	2,31	99,56
5	42,88	11,55	12,37	1,1	4,14	2,14	1,1	0,81	12,88	3,74	8,27	99,88
6	41,03	10,97	11,21	0,98	3,8	2,46	0,98	0,04	12,6	6,71	10,06	99,86
7	36,39	8,04	11,14	2,62	2,02	3,3	2,62	0,69	15,43	16,47	4,83	100,93
8	34,21	7,13	14,82	2,1	2,92	3,09	2,1	0,75	13,69	15,89	4,62	99,22

	Zn	Cu	Co	Ni	Cr	V	Be	Ba	Sr	Zr	Y	Nb
1	151	39	155	200,47	347	326	2,68	644	539	435	17	100
2	158	61	146	208,7	317	373	3,04	858	675	578	22	121
3	395	7	110	296,61	1659	70	31,05	110	<LD	188	15	20
4	462	7	113	337,9	1835	119	33,54	120	<LD	100	16	22
5	138	56	153	147,5	107	404	3,54	2222	832	522	20	125
6	140	71	133	151,75	105	428	3,53	2311	1000	489	23	121
7	132	77	171	455,1	663	181	2,58	2721	1357	321	23	125
8	156	89	194	500	1036	174	2,46	6754	998	313	29	191

1. arenito natural; 2. arenito <0,105 mm; 3. biotita xisto natural; 4. biotita xisto <0,105 mm; 5. brecha piroclástica natural; 6. brecha piroclástica <0,105 mm; 7. ultramáfica alcalina natural; 8. ultramáfica alcalina <0,105 mm

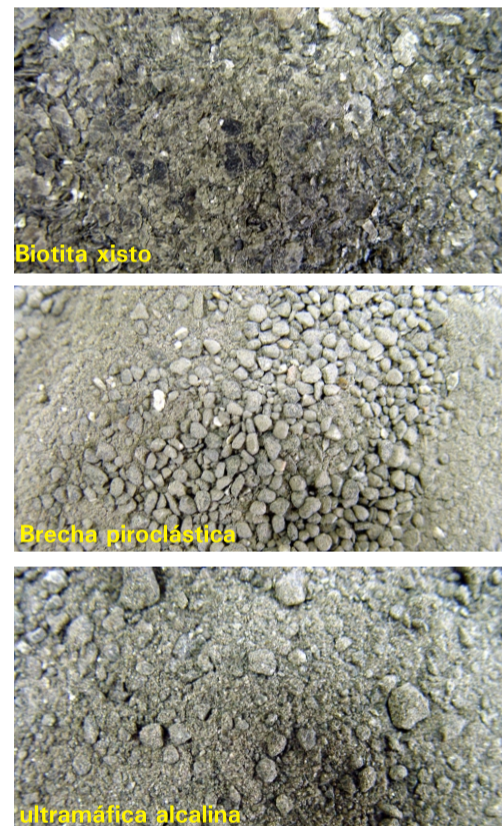
Tabela 1- Análise litogeoquímica de elementos maiores (%) e menores (ppm) em

Rocha	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	MgO	PF	Total
Brecha alcalina	41,87	11,35	11,74	1,25	3,98	2,73	1,25	0,83	12,64	6,19	8,79	101,37
Kimberlito	35,52	7,83	11,77	1,74	1,98	3,44	1,74	0,69	12,49	18,92	4,78	99,16
Biotita xisto	51,95	8,60	9,88	1,23	0,27	4,25	1,23	0,06	6,33	14,92	2,45	99,94

Rocha	Zn	Cu	Co	Ni	Cr	V	Be	Ba	Sr	Zr	Y	Nb
Brecha alcalina	151	75	173	147,1	110	430	3,55	2574	866	381	21	127
Kimberlito	124	84	170	499,1	683	175	2,03	2510	1126	319	24	129
Biotita xisto	416	20	171	306,5	1710	72	52,4	107	1	71	29	19

Determinações em ICP/AES (IG/UnB)



## RESULTADOS E DISCUSSÃO

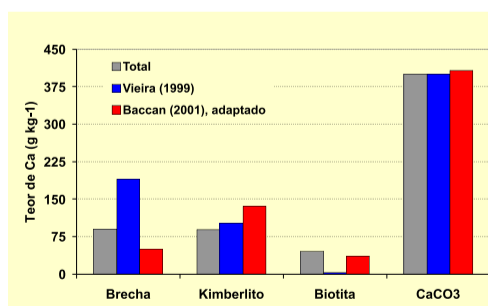


Figura 1: Teor de Ca (g kg<sup>-1</sup>) nas rochas ígneas Brecha e Kimberlito e em CaCO<sub>3</sub> (P.A.) determinado pelos métodos de a) Vieira (1999); b) Bacchan (2001), adaptado e c) fusão com metaborato de lítio (Total) (n = 2 ou 3 repetições)

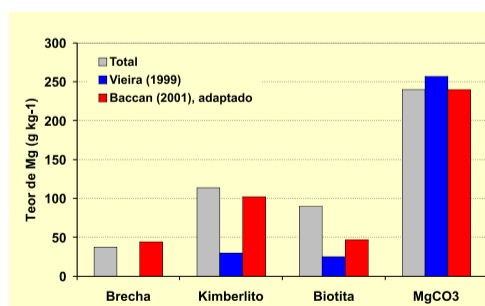


Figura 2: Teor de Mg (g kg<sup>-1</sup>) nas rochas ígneas Brecha e Kimberlito e em MgCO<sub>3</sub> (P.A.) determinado pelos métodos de a) Vieira (1999); b) Bacchan (2001), adaptado e c) fusão com metaborato de lítio (Total) (n = 2 ou 3 repetições).

## CONCLUSÕES

- 1) O processo de filtragem dos extratos ácidos das rochas kimberlito e biotita na metodologia adaptada de Bacchan (2001) permitiu a remoção do excesso de sílica, que dificultava a visualização do ponto de equivalência nas determinações de Ca e Mg;
- 2) Com aquela metodologia foi possível substituir os reagentes complexantes KCN - KOH, que geram resíduos tóxicos, por ácido ascórbico, trietanolamina e NaOH, menos tóxicos, sem comprometimento dos resultados;
- 3) Os métodos de Vieira (1999) e o adaptado de Bacchan (2001) não foram muito eficientes no controle dos íons interferentes na determinação de Ca e Mg, devido à complexidade química e mineralógica das rochas analisadas;
- 4) Ainda serão necessários estudos visando melhorar a precisão do método de Bacchan na determinação de Ca e Mg nos minerais carbonatos e silicatos em rochas complexas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

VIEIRA, W.; EIRA, P.A.; SILVA, F.C. Análises químicas de fertilizantes e corretivos In: SILVA, F.C. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Brasília: Embrapa, 1999. p. 225-290.

LANYON, L.E. & HEALD, W.E.R. Magnesium, Calcium, Strontium and Barium. In: PAGE, A.L. (ed.) Methods of soil analysis: Part 2. Wisconsin: American Society of Agronomy, Inc. 2ªed, 1982. p.247-274.