



**Protocolo da Embrapa Agrobiologia para Análise de Nitrogênio  
em Adubos Orgânicos, Solo e Tecidos**



---

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária**

**Agrobiologia**

*Ministério da Agricultura e do Abastecimento*

***República Federativa do Brasil***

***Presidente***

*Fernando Henrique Cardoso*

***Ministério da Agricultura e do Abastecimento***

***Ministro***

*Marcus Vinicius Prantini de Moraes*

***Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Embrapa***

***Diretor Presidente***

*Alberto Duque Portugal*

***Diretores***

*Elza Ângela Battaglia Brito da Cunha*

*Dante Daniel Giacomelli Scolari*

*José Roberto Rodrigues Peres*

***Embrapa Agrobiologia***

***Chefe Geral***

*Maria Cristina Prata Neves*

***Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento***

*Sebastião Manhães Souto*

***Chefe Adjunto Administrativo***

*Vanderlei Pinto*

*DOCUMENTO Nº 100*

*ISSN 0104-6187*

*Dezembro 1999*

**Protocolo da Embrapa Agrobiologia para Análise de Nitrogênio  
em Adubos Orgânicos, Solo e Tecidos**

*Bruno José Rodrigues Alves*

*Altiberto Moreira Baêta*

*José Vicente Alves*

*Seropédica – RJ*

*1999*

*Exemplares desta publicação podem ser solicitadas à:*

**Embrapa Agrobiologia**

Caixa Postal: 74505

23851-970 – Seropédica – RJ

Telefone: (021) 682-1500

Fax: (021) 682-1230

e-mail: [sac@cnpab.embrapa.br](mailto:sac@cnpab.embrapa.br)

**Expediente:**

Revisor e/ou ad hoc: Bruno José Rodrigues Alves

Normalização Bibliográfica/Confecção/Padronização: Dorimar dos Santos Felix

Tiragem: 50 exemplares

Comitê de Publicações: Sebastião Manhães Souto (Presidente)

Johanna Döbereiner

José Ivo Baldani

Norma Gouvêa Rumjanek

José Antonio Ramos Pereira

Robert Michael Boddey

Dorimar dos Santos Felix (Bibliotecária)

Coordenação Editorial: Érica Cruz Rosas de Oliveira

ALVES, B.J.R.; BAÊTA, A.M.; ALVES, J.V. **Protocolo da Embrapa Agrobiologia para Análise de Nitrogênio em Adubos Orgânicos, Solo e Tecidos.**

Seropédica: Embrapa Agrobiologia, dez. 99. 17p. (Embrapa-CNPAB. Documentos, 100).

ISSN 0104-6187

1. Humus. 2. Solo. 3. Adubo orgânico. 4. Nitrogênio. 5. Tecido. I. Alves, B.J.R., colab. II. Baêta, A.M., colab. III. Alves, J.V., colab. V. Embrapa. Centro Nacional de Pesquisa de Agrobiologia (Seropédica, RJ). VI. Título. VII. Série.

CDD 631.417

# SUMÁRIO

1. OBJETIVO .....	4
2. PREPARO DAS AMOSTRAS .....	4
2.1 ADUBOS ORGÂNICOS E SOLO ( $\text{NO}_3^-$ E $\text{NH}_4^+$ ) .....	4
2.1.1 <i>Material Necessário</i> .....	4
2.1.2 <i>Procedimento</i> .....	4
2.2 SOLO N TOTAL .....	5
2.2.1 <i>Material Necessário</i> .....	5
2.2.2 <i>Procedimento</i> .....	5
2.3 ADUBOS ORGÂNICOS: NITROGÊNIO TOTAL .....	6
2.3.1 <i>Material Necessário</i> .....	6
2.3.2 <i>Procedimento</i> .....	6
2.4 TECIDO DE PLANTA : NITROGÊNIO TOTAL.....	6
2.4.1 <i>Material Necessário</i> .....	6
2.4.2 <i>Procedimento</i> .....	7
3. ANÁLISES .....	7
3.1 ANÁLISE DE NITROGÊNIO MÉTODO DE DIGESTÃO SEMI-MICRO KJELDAHL, DESTILAÇÃO À VAPOR E TITULAÇÃO .....	7
3.1.1 <i>Material Necessário</i> .....	7
3.1.1.1 Reagentes e soluções .....	7
3.1.1.2 Equipamentos e vidraria .....	8
3.1.2 <i>Procedimento</i> .....	9
3.1.2.1 Preparo da mistura catalizadora .....	9
3.1.2.2 Digestão da amostra .....	9
3.1.2.3 Preparação da solução ácido bórico/indicador.....	10
3.1.2.4 Preparação da solução de ácido sulfúrico para titulação .....	10
3.1.2.5 Padronização do ácido sulfúrico para titulação.....	10
3.1.2.6 Procedimento de destilação .....	11
3.2 ANÁLISE DE NITROGÊNIO MÉTODO N MINERAL ( $\text{NH}_4^+$ E $\text{NO}_3^-$ ) EM EXTRATOS DE SOLO COM KCL 2M .....	12
3.2.1 <i>Material Necessário</i> .....	12
3.2.1.1 Reagentes e soluções .....	12
3.2.1.2 Equipamentos e vidraria .....	13
3.2.1.3 Vidraria e outros materiais.....	13
3.2.2 <i>Condição das amostras</i> .....	13
3.2.3 <i>Procedimento</i> .....	14
3.2.3.1 Determinação da Umidade da Amostra .....	14
3.2.3.2 Extração com KCl 2M .....	14
3.2.3.3 Preparação da Solução de Ácido Bórico / Indicador .....	14
3.2.3.4 Preparação da solução de ácido sulfúrico para titulação .....	15
3.2.3.5 Padronização do ácido sulfúrico para titulação.....	15
3.2.3.6 Procedimento de destilação .....	15
3.2.3.7 Cálculos .....	17
4. DOCUMENTAÇÃO COMPLEMENTAR .....	17

# Protocolo da Embrapa Agrobiologia para Análise de Nitrogênio em Adubos Orgânicos, Solo e Tecidos

*Bruno José Rodrigues Alves<sup>1</sup>*

*Altiberto Moreira Baêta<sup>2</sup>*

*José Vicente Alves<sup>2</sup>*

## 1. OBJETIVO

Este documento apresenta metodologias para a preparação das amostra e as análises de Nitrogênio, total e mineral utilizando os Métodos Semi-micro Kjeldahl e destilação à vapor de extratos em amostras de Adubos Orgânicos, Solo, Tecidos de Plantas e outros materiais.

## 2. PREPARO DAS AMOSTRAS

### 2.1 Adubos Orgânicos e Solo ( $\text{NO}_3^-$ e $\text{NH}_4^+$ )

#### 2.1.1 Material Necessário

- Saco plástico com capacidade para 200 g;
- Peneira com abertura de 2 mm.

#### 2.1.2 Procedimento

- Apresentar a ficha de sistema de custo com os campos preenchidos:
  - N<sup>o</sup> do subprojeto
  - N<sup>o</sup> de amostras
  - Título do experimento

---

<sup>1</sup> Pesquisador, Embrapa Agrobiologia, Caixa postal 74505, CEP 23.851-970, Seropédica - RJ

<sup>2</sup> Auxiliar de Operação III, Embrapa Agrobiologia, Caixa postal 74505, CEP 23.851-970, Seropédica - RJ

- Assinatura do pesquisador orientador
- Solicitar autorização do Chefe do P&D.
- Identificar as amostras numericamente sem falhas e sem utilização de letras;
- Preparar a amostra na umidade natural
- Peneirar em peneira com abertura de **2 mm** eliminando raízes, fragmentos de minerais e outros materiais orgânicos.
  - Encher o(s) saco(s) plástico(s) com não mais de 200 g de amostra.
  - Fechar o(s) saco(s), evitando nós muito apertados ou grampos desnecessários (no máximo 3 grampos).

**Obs<sub>1</sub>** .: No caso do peneiramento ser impossível, entregar a amostra no estado em que se encontra.

## **2.2 N total do solo**

### **2.2.1 Material Necessário**

- Saco plástico com capacidade para 5 g;
- Peneira com abertura de 2 mm;
- Destorroador.

### **2.2.2 Procedimento**

- Apresentar a ficha de sistema de custo com os campos preenchidos:
  - N° do subprojeto
  - N° de amostras
  - Título do experimento
  - Assinatura do pesquisador orientador
- Solicitar autorização do Chefe do P&D.
- Identificar as amostras numericamente sem falhas e sem utilização de letras
- Preparar a amostra de modo terra fina seca ao ar (TFSA):
  - Secar a sombra
  - Destorrear

**Destorrear** = amassar a solo, geralmente com um destorroador ou rolo de madeira.

- Peneirar em peneira com abertura de 2 mm.
- Encher o(s) saco(s) plástico(s) de 5 g com a amostra.
- Fechar o(s) saco(s), evitando nós muito apertados ou grampos desnecessários (no máximo 3 grampos).

## **2.3 Adubos Orgânicos: Nitrogênio total**

### **2.3.1 Material Necessário**

- Estufa de circulação forçada de ar à 65° C;
- Moinho tipo Wiley com peneira < 60 mesh;
- Aspirador de pó;
- Saco de papel para acondicionar 5 g ( tipo saco de pipoca).

### **2.3.2 Procedimento**

- Apresentar a ficha de sistema de custo com os campos preenchidos:
  - Nº do subprojeto;
  - Nº de amostras;
  - Título do experimento
  - Assinatura do pesquisador orientador
- Solicitar autorização do Chefe do P&D.
- Identificar as amostras numericamente sem falhas e sem utilização de letras
- Seca a amostra em estufa com circulação forçada à 65°C , até atingir massa constante.
  - Moer, deixando a amostra bem fina e homogeneizada.
  - Encher o(s) saco(s) em quantidade de amostra não mais que 5 g.
  - Fechar o(s) saco(s), evitando grampos desnecessários (no máximo 3 grampos).

## **2.4 Tecido de Planta : Nitrogênio total**

### **2.4.1 Material Necessário**

- Estufa com circulação forçada de ar à 65° C;
- Moinho tipo Wiley ou de bolas com peneira < 60 mesh;

- Aspirador de pó;
- Saco de papel com capacidade para 10 g.

#### **2.4.2 Procedimento**

- Apresentar a ficha de sistema de custo com os campos preenchidos:
  - Nº do subprojeto;
  - Nº de amostras;
  - Título do experimento;
  - Assinatura do pesquisador orientador .
- Solicitar autorização do Chefe do P&D.
- Identificar as amostras numericamente sem falhas e sem utilização de letras
- Secar a amostra em estufa com circulação forçada à 65°C , até atingir massa constante.
  - Moer, deixando a amostra bem fina e homogeneizada.
  - Encher o(s) saco(s) de 10 g com não mais que 5 g de amostra.
  - Fechar o(s) saco(s), evitando grampos desnecessários (no máximo 3 grampos).

**Obs<sub>2</sub>.**: A amostra deve ser entregue aos funcionários responsáveis pela análise da amostra.

### **3. ANÁLISES**

#### **3.1 Análise de Nitrogênio Método de digestão semi-micro Kjeldahl, destilação à vapor e titulação**

##### **3.1.1 Material Necessário**

###### **3.1.1.1 Reagentes e soluções**

- Sulfato de potássio;
- Sulfato de cobre;
- Selênio;
- Ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>);
- Octanol P.A.;

- Substância com concentração de N conhecida (padrão);
- Ácido bórico 1% (100g de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> P.A. em 10 litros de água destilada);
- Indicadores: vermelho de metila (70 mg) e verde de bromocresol (100 mg), ambos dissolvidos em 200 ml de metanol;
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N (Diluir 29 ml do ácido sulfúrico concentrado para um volume final de 1 litro com água destilada);
- NaOH 40% (2 kg do produto P.A. em 5 litros de água destilada);
- Água destilada;
- THAM (tris – hidróxi – amino - metano): Preparar uma solução 0,0300N (3,6342 g/l);
- Solução de sulfato de amônio (1 mgN/5 ml): 0,942 g/l de sulfato de amônio.
- Acido acético 15 %.

### 3.1.1.2 Equipamentos e vidraria

- Balança (0,001g);
- Capela com exaustor, preparada para vapores ácidos;
- Bloco digestor com suporte para tubos (de preferência 40 tubos);
- Bureta de precisão (0,01 ml);
- Destilador/titulador automático Kjeltex (Tecator Mod. 1030 Analyser);
- Erlenmeyer (125 ml);
- Balões para preparação de soluções (200 ml, 1000 ml, 10 l);
- Pipetas volumétricas (2 e 5 ml);
- Tubos de digestão (com dimensões adequadas para o sistema de destilação à vapor);
- Proveta (100 ml);
- Medida de 1,1g para a mistura catalizadora.

### 3.1.2 Procedimento

#### 3.1.2.1 Preparo da mistura catalizadora

- Moer finamente 100 g de sulfato de potássio, 10 g de sulfato de cobre e 1g de selênio (< 100 mesh).
- Misturar os três reagentes.

#### 3.1.2.2 Digestão da amostra

- Pesar entre 200 e 400 mg de amostra de tecido de planta (seco em estufa à 65°C e finamente moído), ou 1.000 mg de solo (TFSA, mas se possível moído, > 100 mesh), ou, no caso de adubos, 100 mg.
- Colocar a amostra no tubo de digestão. A quantidade de amostra a ser usada depende do teor de N da amostra. Porém deve ser suficiente para gerar menos equivalentes de  $\text{NH}_4^+$  do que o existente como ácido bórico.
- No caso de soluções, adicionar não mais do 20 ml da solução. Da mesma forma, o volume a ser usado irá depender da concentração de N esperada. Para as amostras de tecido vegetal, adicionar ao tubo de digestão, uma medida da mistura catalizadora e 3 ml de ácido sulfúrico concentrado.
- No caso do solo e de materiais que apresentem alto teor de matéria orgânica (ou seja, uma matriz rica em substâncias orgânicas), adicionar 4 ou 5 ml de ácido sulfúrico e 3 a 4 gotas de octanol (evita que ocorra a formação de espuma).
- Reservar 2 tubos para o branco (somente mistura catalizadora e ácido sulfúrico) e 2 tubos para um padrão interno, que pode ser um solo finamente moído, ou um tecido de planta, ou uma solução de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , dependendo do que está sendo analisado, cujo conteúdo de N é conhecido.

**Obs 2.:** Lembre-se que o padrão deve ter uma concentração de N próxima ao do material a ser analisado.

- Levar os tubos ao bloco digestor, dentro de uma capela de exaustão, e iniciar a digestão elevando a temperatura para 150°C, por uma hora. No caso dos materiais ricos em matéria orgânica, manter a 70°C por 3 horas e então, 150°C por 1,5 horas.

- Em seguida, passar a temperatura para 300°C e aguardar até que a solução fique incolor, isto pode levar de 3 a 4 horas, (normalmente a digestão de amostras de solo é mais demorada). Desligar o bloco e deixar esfriar.

### 3.1.2.3 Preparação da solução ácido bórico/indicador

- Adicionar 200 ml da solução de indicadores a 10 litros de solução de ácido bórico 1%. Caso seja necessário adicionar gotas de NaOH (0,1 M) de forma a se obter uma solução cor violeta. Neste ponto o pH da solução está muito próximo do ponto de viragem de cor do indicador, ou seja, mínimas quantidades de amonia que chegarem a solução alterarão significativamente a cor da solução para verde azulado (típica do indicador verde de bromocresol em meio alcalino).

### 3.1.2.4 Preparação da solução de ácido sulfúrico para titulação

- A escolha da concentração de ácido a ser preparada para titulação das amostras é baseada na provável concentração de N da amostra digerida.
- Recomenda-se uma concentração de ácido sulfúrico que condicione ao uso de cerca de 10 ml na titulação da amostra.
- Fazer um pequeno ensaio com a seguinte fórmula:  $N_{ac} = 0,00007144 \times \%N$  (g/100g ou g/100ml)  $\times P_{am}$  (mg) (ou  $V_{am}$ , em ml), onde  $N_{ac}$  é a normalidade do ácido a ser usado,  $\%N$  é o teor de N do material a ser analisado,  $P_{am}$  é o peso da amostra digerida, ou no caso da solução ( $V_{am}$ ), o volume digerido. A mínima concentração de ácido que deve ser usada para que a visualização da mudança de cor do indicador seja fácil, é de 0,005N.

### 3.1.2.5 Padronização do ácido sulfúrico para titulação

- Em 3 erlenmeyers de 125 ml colocar 10 ml da solução de ácido bórico/indicador e um volume conhecido da solução de THAM.

- O volume a ser colocado é dependente da concentração de ácido escolhida para a titulação (normalmente utilizam-se 5 ml de THAM para solução ácida com concentração superior a 0,02N e 2 ml para soluções entre 0,005 e 0,02N).
- Em seguida, proceder a titulação com uma bureta graduada ou automática (0,01ml). A concentração do ácido padronizado é calculada através da fórmula:  $N_{ac} = N_{THAM} \times V_{THAM}/V_{ac}$ , onde  $N_{ac}$  e  $V_{ac}$  são a normalidade do ácido e o volume do ácido gasto na titulação do THAM, cuja normalidade e volume usados são expressos como  $N_{THAM}$  e  $V_{THAM}$ .

### 3.1.2.6 Procedimento de destilação

- Conferir o volume dos reservatórios de água destilada, hidróxido de sódio (40%) e ácido bórico/indicador do auto-analisador Kjelttec modelo 1030. Recarregá-los no caso dos níveis das soluções se encontrarem baixos.
- Preencher o reservatório de ácido para titulação (o mesmo se encontra na porta frontal no lado interno do aparelho).
- Ligar a torneira que fornece água ao condensador.
- Ligar o aparelho. No painel frontal encontram-se um mostrador digital, onde é feita a leitura do volume de ácido gasto na titulação da amostra, e um marcador analógico com uma letra A, que deve ser mantido em zero e um com a letra B, que deve ser mantido em 1000. Ao lado está o marcador do branco. Este marcador deverá receber o valor da média do volume de ácido gasto com os brancos, que serão destilados/titulados inicialmente.
- Antes de se iniciar a análise dos brancos, pressionar algumas vezes o botão REC-SOL para descartar um pouco do ácido-bórico/indicador.
- Pressionar o botão KJHELTEC para prepara o aparelho para a análise. Levantar a proteção da câmara onde se processa a destilação e, inicialmente, colocar um tubo com 5 ml de água destilada.
- Abaixar a proteção da câmara para iniciar, automaticamente, o processo de destilação/titulação e observar a luz indicadora de finalização do processo.
- Anotar o volume de ácido gasto e repetir este passo por 3 vezes.

- Colocar o valor da média das leituras em água no mostrador analógico referido anteriormente e prosseguir com a destilação do padrão de sulfato de amônio (pipetar volumetricamente 5 ml da solução 1 mgN/5ml). A partir daí, o volume de ácido gasto nas titulações mostrado, estará sempre descontado do título para água destilada. Calcula-se a quantidade de N recuperado usando-se a equação:  $\text{mg N} = V_{\text{ac}} \times 14 \times N_{\text{ac}}$ , onde  $V_{\text{ac}}$  e  $N_{\text{ac}}$ , são o mesmo referido anteriormente.

- A partir deste procedimento, avaliar o funcionamento do aparelho. Caso a recuperação de N da solução padrão seja inferior a 98%, ou superior a 102%, não proceder com a análise e solicitar o apoio do técnico responsável, supervisor ou pesquisador responsável pelo laboratório.

- Uma vez feita esta avaliação preliminar, iniciar a análise dos brancos digeridos.

- Calcular a média dos títulos dos brancos e colocar este valor no mostrador analógico.

- Fazer a análise das amostras-padrão digeridas. O teor de N da amostra é obtido com a seguinte relação:  $\%N = (V_{\text{ac}} \times 14 \times N_{\text{ac}}) \times 100/P_a$ , onde  $P_a$  é o peso da amostra digerida em miligramas. Caso o teor de N do padrão encontrado seja diferente em mais do que 5% em relação ao valor nominal do mesmo, recomenda-se repetir todo o processo de digestão e destilação das amostras.

- Após a análise de todas as amostras, fazer uma limpeza do sistema com ácido acético 15%.

## **3.2 Análise de Nitrogênio Método N mineral (NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) em extratos de solo com KCl 2M**

### **3.2.1 Material Necessário**

#### **3.2.1.1 Reagentes e soluções**

- Solução de KCl 2M (149 g/l),
- Óxido de magnésio calcinado,
- Liga de Devarda,
- Octanol P.A.,

- Ácido bórico 1% (100g de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> P.A. em 10 litros de água destilada),
- Indicadores: vermelho de metila (70 mg) e verde de bromocresol (100 mg), ambos dissolvidos em 200 ml de metanol,
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N (Diluir 29 ml do ácido sulfúrico concentrado para um volume final de 1 litro com água destilada),
- Água destilada,
- THAM (tris-hidróxi-amino-metano): Preparar uma solução 0,0300N (3,6342 g/l),
- Solução de sulfato de amônio e nitrato de potássio (1 mgN-NH<sub>4</sub><sup>++</sup> 1 mgN-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/10 ml),
- Álcool etílico.

### 3.2.1.2 Equipamentos e vidraria

- Sistema de destilação de amostras por destilação à vapor.
- Manta aquecedora
- Balança (0,001g)
- Bureta de precisão (0,01 ml)
- Erlenmeyer (125 e 250 ml)
- Balões para preparação de soluções (200 ml, 1000 ml, 10 l)
- Pipetas volumétricas (2 e 5 ml)
- Proveta (100 ml)

### 3.2.1.3 Vidraria e outros materiais

- Papel alumínio.
- Medidas de 250 mg para óxido de magnésio e Liga de Devarda.

### 3.2.2 Condição das amostras

- As amostras de solo para análise devem ser mantidas com umidade de campo. Recomenda-se que para amostragens de localidades distantes, devem ser

acondicionadas em sacos plásticos e ser mantidas em isopor com gelo até a chegada ao laboratório. Quanto mais rápido se possa fazer a extração com KCl, menor o erro de armazenamento (mineralização de N dentro do saco plástico).

### **3.2.3 Procedimento**

#### **3.2.3.1 Determinação da Umidade da Amostra**

- Pesar em papel alumínio, previamente tarado, cerca de 20 g da amostra do solo para análise. Anotar o peso e levar para secagem em estufa a 105°C, até que se atinja um peso constante (cerca de 48 hs). Anotar o peso da amostra seca. Descontando-se o peso do papel alumínio, obtém-se o conteúdo de água da amostra fazendo-se a diferença entre o peso da amostra úmida e da mesma amostra seca.

#### **3.2.3.2 Extração com KCl 2M**

- Pesar cerca de 30 g da amostra de solo úmido e colocar em erlenmeyer de 250 ml. Adicionar 150 ml da solução de KCl 2M e levar a agitação à 220 RPM por 1 hora. Filtrar o extrato com papel de filtragem rápida. Fazer uma filtragem de um volume de 150 ml da solução de KCl 2M.
- Se a análise não puder ser efetuada no mesmo dia da extração, armazenar as amostras em geladeira (no máximo por 1 semana).

#### **3.2.3.3 Preparação da Solução de Ácido Bórico / Indicador**

- Adicionar 200 ml da solução de indicadores a 10 litros de solução de ácido bórico 1%. Caso seja necessário adicionar gotas de NaOH (0,1 M) de forma a se obter uma solução cor violeta. Neste ponto o pH da solução está muito próximo do ponto de viragem de cor do indicador, ou seja, mínimas quantidades de amonia que chegarem a solução alterarão significativamente a cor da solução para verde azulado (típica do indicador verde de bromocresol em meio alcalino).

### 3.2.3.4 Preparação da solução de ácido sulfúrico para titulação

- A escolha da concentração de ácido a ser preparada para titulação das amostras é baseada na provável concentração de N no extrato. Recomenda-se uma concentração de ácido sulfúrico que condicione ao uso de cerca de 10 ml na titulação da amostra.
- A mínima concentração de ácido que deve ser usada para que a visualização da mudança de cor do indicador seja fácil, é de 0,005N.

### 3.2.3.5 Padronização do ácido sulfúrico para titulação

- Em 3 erlenmeyers de 125 ml colocar 10 ml de da solução de ácido bórico/indicador e um volume conhecido da solução de THAM.
- O volume a ser colocado é dependente da concentração de ácido escolhida para a titulação (normalmente utilizam-se 5 ml de THAM para solução ácida com concentração superior a 0,02N e 2 ml para soluções entre 0,005 e 0,02N).
- Em seguida procede-se a titulação com uma bureta graduada ou automática (0,01ml). A concentração do ácido padronizado é calculada através da fórmula:  $N_{ac} = N_{THAM} \times V_{THAM} / V_{ac}$ , onde  $N_{ac}$  e  $V_{ac}$  são a normalidade do ácido e o volume do ácido gasto na titulação do THAM, cuja normalidade e volume usados são expressos como  $N_{THAM}$  e  $V_{THAM}$ .

### 3.2.3.6 Procedimento de destilação

- Conferir o volume dos reservatórios de água destilada dos balões (6 litros) existentes dentro das mantas aquecedoras. Adicionar uma porção de bolinhas de vidro, previamente secas em estufa, em cada balão.
- Ligar a torneira que fornece água ao condensador. Ligar as mantas.
- Antes de se iniciar a análise, preencher os balões (250 ml) de amostra, que compõem o sistema de análise, com álcool etílico.

- Colocar um erlenmeyer de 250 ml na saída do condensador para coletar o álcool destilado. Destilar o álcool por 5 minutos. Repetir o processo com água destilada.

- Este processo é feito para limpar o sistema, antes de se iniciarem as análises. Após a limpeza, faz-se uma verificação do sistema quanto a recuperação de N. Inicia-se com uma destilação de 80 ml de água destilada, coletando-se o destilado em 10 ml de ácido bórico/solução indicadora, presente em um erlenmeyer de 125 ml.

- Neste procedimento, após a colocação do extrato no balão do aparelho, adicionar uma medida de 250 mg de óxido de magnésio ao balão e imediatamente encaixar o balão no sistema.

- A destilação deve ser mantida até que o volume do coletador seja de 50 ml.

- Em seguida retirar o balão do aparelho e acrescentar uma medida (250 mg) de Liga de Devarda no mesmo, e imediatamente recolocar o balão de volta ao aparelho.

- Colocar um outro erlenmeyer com 10 ml da solução ácido bórico/indicador para coletar o condensado. A destilação com óxido de magnésio libera o N amoniacal que é coletado no ácido bórico, que é quantificado após titulação com ácido sulfúrico.

- Na segunda etapa, a adição de Liga de Devarda reduz o nitrato a amônio, que é arrastado pelo vapor, condensado e coletado no outro erlenmeyer com ácido bórico.

- Em seguida, repetir este processo com o padrão de sulfato de amônio (pipetar volumetricamente 5 ml da solução 1 mgN (N-H<sup>+</sup> ou N-O<sup>-</sup>)/5ml, e completar o volume dentro do balão para 80 ml).

- Calcular a quantidade de N recuperado usando-se a equação:  $\text{mg N} = (\text{Vac} - \text{Vb}) \times 14 \times \text{Nac}$ , onde Vac e Nac, são o mesmo referido anteriormente e Vb é o volume de ácido gasto com o branco, que no caso foi a água destilada).

- A partir deste procedimento, avaliar o funcionamento do aparelho. Caso a recuperação de N-NH<sup>+</sup> ou N-NO<sup>-</sup> da solução padrão seja inferior a 98%, ou superior a 102%, não proceder com a análise e solicitar o apoio do técnico responsável, supervisor ou pesquisador responsável pelo laboratório.

- Uma vez feita esta avaliação preliminar, iniciar a análise dos brancos de KCl filtrados, e em seguida fazer a análise dos extratos das amostras de solo.
- Após a análise de todas as amostras, fazer uma limpeza do sistema com o álcool coletado ao início do trabalho.

### 3.2.3.7 Cálculos

- O volume (sempre em ml) de ácido gasto na titulação da amostra ( $V_{ac}$ ) - o volume de ácido gasto na titulação do branco ( $V_b$ )] x normalidade do ácido ( $N_{ac}$ ) = número de miliequivalentes de ácido gastos na titulação da amostra ( $mEq_{ac}$ ).
- Como as substâncias reagem equivalente a equivalente:  $mEq_{ac} = mEq$  da forma N mineral titulada, logo: A quantidade em mg de N ( $NH_4^+$  ou  $NO_3^-$ ) presente na alíquota de extrato analisada é igual ao miliequivalente-grama de N (14,007 mg) x  $mEq_{ac}$ , ou seja,  $N-NH_4^+$  ou  $N-NO_3^-$  (mg) =  $14,007 \times N_{ac} \times V_{ac}$ .
- Para obter a concentração de N-mineral no extrato basta dividir o resultado obtido no passo anterior pelo volume da alíquota ( $V_{al}$ ). Logo:  $N-NH_4^+$  ou  $N-NO_3^-$  (mg/ml) =  $(14,007 \times N_{ac} \times V_{ac})/V_{al}$ .
- Contudo o objetivo principal da análise do solo é saber o teor de N no solo. Para isto, basta multiplicar a equação anterior, pelo volume total de extrato utilizado na extração ( $V_t$ ) somado do volume de água pré existente na massa de amostra ( $V_{aa}$ ) usada na extração (tomando como base a umidade da amostra determinada) e dividir o resultado pelo peso do solo seco ( $P_s$ ) em kg. Logo:  $N-NH_4^+$  ou  $N-NO_3^-$  (mg/kg) =  $[(14,007 \times N_{ac} \times V_{ac})/V_{al}] \times (V_t + V_{aa})/P_s$ .

## 4. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

PEIXOTO, R.C. **Manual de Boas Práticas para Laboratório**. Seropédica: Embrapa-CNPAB, 1999. 52p. (Embrapa-CNPAB. Documentos, 87).