Determinação da capacidade de troca de cátions, do solo por fotometria de chama¹.

N. A. DA GLÓRIA2, R. A. CATANI2, T. MATUO3

^{1 —} Recebido para publicação em 14-4-1965; 2 — Cadeira de Química Analítica e Físico-Química da E. S. A. Luiz de Queiroz; 3 — Bolsista do Conselho Nacional de Pesquisas.

RESUMO

O presente trabalho relata os dados obtidos sôbre a determinação da capacidade de troca de cátions do solo, através da determinação do cálcio por fotometria de chama. A amostra de solo (2g) foi prèviamente saturada com ions cálcio, o excesso do reagente foi lavado e o cálcio deslocado do solo, mediante extração com solução normal de acetato de amônio pΗ 7.

A determinação do cálcio, contido no extrato, foi feita mediante o emprêgo do fotômetro de chama Coleman modê-

lo 21.

Os dados obtidos, demonstraram que a técnica adotada, além de sua simplicidade e rapidez, fornece resultados cuja precisão é satisfatória.

INTRODUÇÃO · 1.

Os métodos e as técnicas preconizadas para a determinação da capacidade de troca de cátions do solo são numerosos (JACKSON, 1958; CATANI, 1963). Dentre os cátions sugeridos para a saturação do solo, o cálcio pode ser considerado como o que apresenta maior interêsse por diversas razões. Por outro lado, a determinação do cálcio por fotometria de chama é precisa, rápida e simples e tem sido empregada na avaliação do teor "trocável" de cálcio do solo com bastante sucesso (CATANI & GLÓRIA, 1963).

O presente trabalho tem por objetivo o estudo da determinação da capacidade de troca de cátions do solo, mediante a sua saturação com ions cálcio e posterior determinação dêsse cátion por fotometria de chama.

MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

O material constituiu-se de nove amostras de diferentes solos, cujas características foram obtidas por métodos já descritos (CATANI, GALLO & GARGANTINI, 1955).

O aparelho usado foi um fotômetro de chama Coleman, modêlo 21, com filtro para cálcio. Usou-se chama de butano e oxigênio com pressão de gases regulada para 2 e 10 psi, respectivamente.

Foram utilizados, ainda, tubos percoladores de 15 mm de diâmetro e 200 mm de altura, providos de placa perfurada e frascos de filtração à vácuo.

QUADRO 1

Características dos solos usados para o estudo da determinação da capacidade de troca de cátions por fotometria de chama.

Solo n.º	, рН			Teor trocável em e.mg/100 g de solo			PO ₄ -3 (*)	
5 010 111	Par	C	N	K	Ca	Mg	H+	-0, ()
1	5,20	1,23	0,20	0,23	1,98	0,68	2,60	0,06
2	4,90	1,37	0.21	0,11	1,88	0,43	3,84	0,07
3	5,10	1,47	(: 22	0,18	1,68	0,43	2,44	0,04
4	7,35	0.66	0,11	0,11	5,63	0,52	0,83	0,24
5	6,60	0,62	0.13	0,20	3,75	0,70	1,61	0,29
6	5,85	0,45	0,08	0,23	0,49	·—	3,13	0,13
7	6,30	1,01	0,17	0,13	7.71	1,51	1,77	0,11
8	6,75	1,10	0.18	0,18	9,99	2,05	3,39	0,22
9	6,50	1,32	0,21	0,30	10,28	1,82	1,04	0,17

^{(*) —} Solúvel em H₂SO₄ 0,05N.

Reativos

Solução de acetato de cálcio, aproximadamente normal — Foram dissolvidos 88,08 g de $Ca(C_2H_3O_2)_2H_9O$, em, aproximadamente 950 ml de água destilada e em seguida, procedida a determinação do pH da solução. Quando o pH apresentou valor diferente de 7, a correção foi feita pela adição de solução de CH_3COOH (1 + 1) ou solução de NH_4OH (1 + 1), conforme o caso. O volume foi completado a 1 litro com água destilada.

Solução hidroalcoólica a 80% — Foram transferidos 800 ml de álcool absoluto para balão volumétrico de 1.000 ml e o volume completado com água destilada.

Solução normal de acetato de amônio com pH 7 — Preparada a partir de hidróxido de amônio e de ácido acético. Foi feita a correção do pH, quando necessária, com ácido acético ou com hidróxido de amônio conforme o caso.

Solução padrão de cálcio — Uma solução padrão "estoque" contendo 1 miligrama de cálcio por mililitro, foi preparada a partir de CaCO₃ p.a. dissolvido em ácido clorídri-

co. A partir dessa solução e por diluição com água destilada, foi preparada uma outra solução padrão contendo 100 microgramas de cálcio por mililitro.

2.2 Métodos

Relação entre leituras no fotômetro e concentração de cálcio

A relação entre leituras no galvanômetro do aparelho e concentração de cálcio foi estabelecida em soluções que continham teores variáveis em cálcio, mas eram 0,2N em acetato de amônio. A razão pela qual foi estabelecida a citada relação, em solução 0,2N em acetato de amônio, é que a extração do cálcio, que saturou o solo, foi feita com solução de acetato de amônio 1 N. Em seguida essa solução foi diluida na proporção de 1 + 4 com água destilada, conforme adiante será descrito. A diluição da solução de acetato de amônio evita em parte a obstrução do queimador. Por outro lado, a preparação de soluções padrões de cálcio em solução de acetato de amônio contorna a influência do ânion acetato (BURRIEL-MARTI & RAMIREZ MUÑOZ, 1960).

A relação obtida entre as leituras e as concentrações das soluções 0,0002N, 0,0004N, 0,0006N, 0,0008N e 0,001N em cálcio, e com a prova em branco (solução 0,2N em acetato de cálcio), foi linear. Em razão disso, ajustando-se o aparelho de maneira a se obter leitura zero com a prova em branco (solução de 0,2 normal em acetato de amônio) e leitura 100 com solução 0,2 normal em acetato de amônio e 0,001 normal em cálcio, a determinação do cálcio, presente em soluções de acetato de amônio percoladas através do solo, torna-se direta.

Determinação da capacidade de troca de cátions do solo

Dois gramas de solo (terra fina sêca ao ar), contidos em tubo percolador, convenientemente preparado, foram tratados com 20 ml de solução normal de acetato de cálcio com pH 7. Após a passagem de tôda a solução de acetato de cálcio, o solo foi lavado com cinco porções de 10 ml de solução hidroalcoólica a 80% em álcool, tendo sido esta operação realizada à vácuo. Em seguida, foram passados pelo solo, ainda com o uso de vácuo, 50 ml de solução de acetato de amônio com pH 7, e o líquido percolado foi recebido em outro reci-

piente. Dessa solução, foi retirada uma alíquota de 5 ml, transferida para balão volumétrico de 25 ml e o volume completado com água destilada. Para os solos de n.º 7, 8 e 9 a alíquota foi transferida para balão de 50 ml, foram adicionados 5 ml de solução normal de acetato de amônio e o volume foi completado com água destilada.

A determinação do cálcio nas soluções assim obtidas, foi executada no fotômetro de chama, depois de ajustá-lo conforme foi descrito no item anterior.

3. RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos na determinação da capacidade de troca de cátions de vários solos, com características diversas, são apresentados no quadro 2.

Os resultados do quadro 2, representam a média de 5 determinações isto é, cinco pesagens diferentes, para cada amostra de solo estudado.

QUADRO 2

Capacidade de troca de cátions do solo, determinada por fotometria de chama do cálcio. Média de 5 repetições.

Solos	Capacidade de troca de cátion (Média de 5 repetições)	s Coeficiente do variação
N.º	e.mg/100 g do solo	. %
1	$7,230 \pm 0,061$	1,89
2	$9,378 \pm 0,088$	2,11
3	$8,052 \pm 0,063$	1,76
4	$6,654 \pm 0,062$	2,08
5	$6,104 \pm 0,026$	0,95
6	$3,702 \pm 0,029$	1,77
7	$13,800 \pm 0,084$	1,35
8	$15,260 \pm 0,013$	0,19
9	$15,500 \pm 0,125$	1,80

Conforme evidenciam os resultados apresentados (média, desvio padrão da média e coeficiente de variação), o método baseado na fotometria de chama apresenta uma precisão bastante satisfatória. Além disso, deve ser acentuada a rapidez oferecida pela técnica proposta que permite a execução de um elevado número de determinações num tempo exíguo.

4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitem concluir que:

- a) O método e a técnica adotados, de determinação da capacidade de troca de cátions, fornecem resultados de precisão satisfatória.
- b) A técnica usada, que combina a percolação e o uso de vácuo na lavagem do excesso de solução de acetato de cálcio e na extração do cálcio adsorvido ao solo, permite determinar a capacidade de troca de cátions do solo com grande rapidez.

5. SUMMARY

This paper describes a method for determining cation exchange capacity of soils (C.E.C.).

Two grams sample of 9 different soils were placed in a percolation tube with diammeter of 15 mm and length of 200 mm. Twenty militers of normal calcium acetate solution pH = 7.0 were percolated through the soil. Excess of calcium acetate was washed with ethyl alcohol 80% (80 parts of alcohol plus 20 parts of water, in volume) by suction. Adsorbed calcium was extrateed with 50 ml of normal ammonium acetate solution (pH = 7.0) by suction. Calcium extrateed by ammonium acetate solution was determined by photometry.

The method described is very rapid and afford a good precision, according to table 1.

TABLE 1
Cation exchange capacity of soil determined by flame photometry (calcium).

Soil number	C. E. C. (mean of 5 replications) m e. per 100 g g of soil			
1 2 3 4 5 6 7 8 9	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$			

6. BIBLIOGRAFIA CITADA

- BURRIEL-MARTI, R. & J. RAMIREZ-MUÑOZ, 1960 Flame Photometry 2nd ed. Amsterdan. Elsevier Publishing Company, 531 pp.
- CATANI, R. A. J. ROMANO GALLO & H. GARGANTINI, 1955 Amostragem de solo, métodos de análise, interpretação e indicações gerais para fins de fertilidade. Campinas, Est. de S. Paulo, Instituto Agronômico de Campinas, 28 pp. (Boletim n.º 69).
- CATANI, R. A & N. A. da GLÓRIA, 1964 Determinação de cálcio "trocável" em solos por fotometria de chama. Rev. de Agricultura, 39: 93-100.
- CATANI, R. A., 1963 Determinação de capacidade de troca de cátions do solo por polarografia e pelos métodos clássicos. Seminário proferido na ESALQ.
- JACKSON. M. L., 1958 Soil Chemical Analysis. Englewood Cliffs, N. J. Prentice-Hall, Inc. 498 pp.

