

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO

SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA

INSTRUÇÃO NORMATIVA SDA Nº 17, DE 21 DE MAIO 2007

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe confere o art. 9º combinado com o art. 42, do Anexo I, do Decreto nº 5.351, de 21 de janeiro de 2005, tendo em vista as disposições contidas no Decreto nº 4.954, de 14 de janeiro de 2004, que regulamenta a Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, na Instrução Normativa SARC nº 14, de 15 de dezembro de 2004, e na Instrução Normativa SARC nº 4, de 2 de agosto de 2004, e o que consta do Processo nº 21000.001681/2006-05, resolve:

Art. 1º Aprovar os Métodos Analíticos Oficiais para Análise de Substratos e Condicionadores de Solos, na forma do Anexo à presente Instrução Normativa.

Art. 2º Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 3º Fica revogada a [Instrução Normativa nº 46, de 12 de setembro de 2006](#).

INÁCIO AFONSO KROETZ

ANEXO

MÉTODOS PARA ANÁLISE DE SUBSTRATOS PARA PLANTAS E CONDICIONADORES DE SOLOS

1. Preparo das amostras para as análises físicas e químicas

1.1. Preparação Inicial

Passar a totalidade da amostra, como recebida, pela peneira de malha 19 x 19mm (ASTM ¾"). Caso fique retida uma quantidade menor ou igual a 10%, deve-se proceder a redução física das partículas, em partes iguais e tantas vezes quantas forem necessárias, para que todo o material passe através da peneira. Caso uma quantidade superior a 10% fique retida na peneira de 19 x 19mm, os métodos para análise física são inadequados ao material e não devem ser utilizados.

1.2. Preparação da subamostra para análise de CTC Deverá ser separada uma amostra de aproximadamente 100g do material preparado conforme procedimento 1.1. A totalidade desta subamostra deverá ser secada a 65°C e passada por uma peneira de malha 0,5 x 0,5mm.

1.3. Preparação da amostra de espuma fenólica

De uma caixa de espuma fenólica retirar de maneira aleatória uma placa. A retirada dessa placa deverá ser efetuada de maneira cuidadosa, a fim de se evitar amassamento de suas bordas, o que poderia dificultar e prejudicar o processo de dimensionamento a que será submetida. Dessa placa, recortar as amostras (blocos padrão) com 10x10cm (largura e comprimento) e a espessura original da placa. Para análise de pH e condutividade elétrica, submeter as amostras (blocos padrões) à lavagem com água deionizada, utilizando inicialmente um volume de água correspondente ao volume do bloco. A água dessa lavagem deve ser descartada e a amostra estará pronta para extração.

2. Determinação da Umidade Atual

Para a determinação da umidade atual, deverá ser levada uma alíquota de 100g da amostra à estufa (65°C ± 5,0°C) até massa constante (cerca de 48 horas). De forma semelhante, a determinação da umidade atual de espuma fenólica deverá ser realizada levando-se o bloco padrão à estufa (65°C ± 5,0°C) até massa constante.

Umidade Atual (% m/m) = [(Massa úmida - Massa seca)/ Massa Úmida] x 100.

3. Determinação da densidade

3.1. Substratos em geral e condicionadores de solos (Método da Autocompactação)

3.1.1. Equipamentos:

3.1.1.1. proveta plástica transparente e graduada de 500 mL (270mm de altura x 50mm de diâmetro);

3.1.1.2. suporte com barra de ferro com 2 (dois) anéis de 70mm de diâmetro;

3.1.1.3. balança analítica para 5000g (intervalo de escala de 1g);

3.1.1.4. estufa de secagem;

3.1.1.5. bandejas de alumínio; e

3.1.1.6. espátula.

3.1.2. Procedimentos

A proveta plástica de 500 mL deverá ser preenchida até aproximadamente a marca de 300 mL com o substrato na umidade atual. Em seguida, esta proveta é deixada cair, sob a ação de sua própria massa, de uma altura de 10 cm, por 10 (dez) vezes consecutivas.

Com auxílio da espátula nivela-se a superfície levemente e lê-se o volume obtido (mL). Em seguida, pesa-se o material (g) descontando a massa da proveta. O procedimento deverá ser repetido por três vezes com subamostras diferentes. Deverá ser expresso o valor da média das medições, em número inteiro.
 $D.úmida (kg/m^3) = [Massa úmida (g)/Volume (mL)] \times 1000$. O valor da densidade seca (média de três amostras) é obtido aplicando-se a seguinte fórmula:

$D.seca (kg/m^3) = D. úmida (kg/m^3) \times [100 - Umidade Atual (\%)] / 100$. (*Redação dada pelo(a) Instrução Normativa 31/2008/SDA/MAPA*)

Redação(ões) Anterior(es)

3.2. Espuma Fenólica

A densidade da amostra de espuma fenólica deverá ser calculada diretamente pela relação entre a massa seca, determinada conforme item 2, e o volume calculado com base em suas dimensões exatas, aferidas por meio de régua. O procedimento deverá ser repetido por três vezes com amostras diferentes. Deverá ser expresso o valor da média das medições, em número inteiro.

$D. seca (kg/m^3) = M / (h \times l \times c)$ sendo: M: massa seca (kg) h: altura (m) l: largura (m) c: comprimento (m).

4. Determinação da Capacidade de Retenção de Água a 10cm (CRA10)

4.1. Substratos em geral e condicionadores de solos Exprime a máxima quantidade de água retida por um substrato ou condicionador de solo, após saturação e cessada a drenagem, quando submetida à tensão de 10 cm de coluna de água ou 1kPa (10hPa). (*Redação dada pelo(a) Instrução Normativa 31/2008/SDA/MAPA*)

Redação(ões) Anterior(es)

4.1.1. Equipamentos:

4.1.1.1. mesa de tensão;

4.1.1.2. anéis/cilindros de alumínio, aço inoxidável ou outro material que suporte temperatura de 65°C, com 100 ± 5 mm diâmetro interno x 50 ± 1 mm de altura;

4.1.1.3. tela confeccionada com tecido de voil ou semelhante;

4.1.1.4. atilhos de borracha; e

4.1.1.5. papel de filtro (250g/cm²).

4.1.2. Procedimentos

Os valores de retenção de água são obtidos pelo método da mesa de tensão, utilizando-se os seguintes procedimentos:

Vedação do fundo dos anéis com tela presa por um atilho de borracha; Pesagem destes anéis; Preenchimento dos anéis com o substrato ou condicionador de solo. A massa do material a ser acrescentada deverá ser calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$M = (V \times D. \text{úmida})/1000$ sendo:

M= massa a ser acrescentada no anel (g) V= volume interno do cilindro (m³) D= densidade do material calculada de acordo com item 3.1.2. (kg/m³) Saturação dos cilindros, por 24 (vinte e quatro) horas, com uma lâmina de água localizada 0,5 cm abaixo da borda destes; Colocação dos anéis sobre a mesa de tensão (coberta com papel filtro); Ajuste da tensão para 10cm de coluna de água (1kPa ou 10hPa); Permanência na mesa até atingir equilíbrio (cerca de 48 horas); Pesagem da amostra após a retirada da mesa (Massa 1) em g; e Secagem das amostras em estufa a 65°C (cerca de 48 horas) até massa constante (Massa 2) em g.

A determinação da CRA10 é efetuada com o valor de umidade volumétrica obtida por meio do percentual de água retida na tensão de 10 cm de coluna de água. A análise deverá ser conduzida em triplicata, sendo expresso o valor médio. Cálculo do valor de CRA expresso em % (volume/volume), considerando densidade da água igual a 1g/cm³;

$CRA10 (\% \text{ v/v}) = [(Massa 1 (g) - Massa 2 (g)) \times 100] / \text{Volume do anel (cm}^3)$ Cálculo do valor de CRA expresso em % (massa/massa):

$CRA10 (\% \text{ m/m}) = [(Massa 1 (g) - Massa 2 (g)) \times 100] / \text{Massa 2 (g)}$. (Redação dada pelo(a) [Instrução Normativa 31/2008/SDA/MAPA](#))

Redação(ões) Anterior(es)

4.2. Espuma fenólica

4.2.1. Princípio O volume de água retida à tensão de 10cm de água será determinado gravimetricamente, pela drenagem natural do bloco padrão.

4.2.2. Procedimento A amostra deverá ser saturada em água por 24 (vinte e quatro) horas e colocada em uma grade com a altura na vertical, para drenagem natural. Após cessada a drenagem visível, o bloco deverá ser cuidadosamente transferido para uma cápsula de alumínio. O conjunto formado pela cápsula e a amostra deverá ser pesado, constituindo a massa 1, em g e levado a secar em estufa à temperatura de 65°C até massa constante (massa 2, em g). A análise deverá ser conduzida em triplicata, sendo expresso o valor médio em número inteiro.

Cálculo do valor de CRA expresso em % (volume/volume), considerando densidade da água igual a 1g/cm³;

$CRA_{10} (\% v/v) = [(Massa\ 1\ (g) - Massa\ 2\ (g)) \times 100] / Volume\ do\ Bloco\ (cm^3)$ Cálculo do valor de CRA expresso em % (massa/massa):

$CRA_{10} (\% m/m) = [(Massa\ 1\ (g) - Massa\ 2\ (g)) \times 100] / Massa\ 2\ (g).$

5. Determinação de pH

5.1. Introdução Método instrumental para a determinação em rotina do pH em uma suspensão de substratos para plantas.

5.2. Princípio Uma amostra é extraída com água a 25°C em uma razão de extração de 1 +5 (v/v). O pH da suspensão é determinado usando medidor de pH.

5.3. Reagentes:

5.3.1. água com condutividade <0,2 mS/m (<0,02 dS/m) a 25°C com pH >5,6;

5.3.2. solução tampão, pH 4,00 a 20 oC: dissolver 10,21 g de biftalato de potássio ou ftalato hidrogênio de potássio (C₈H₅KO₄) em água e diluir a 1000 mL em balão volumétrico ou usar um tampão comercialmente disponível; e

5.3.3. solução tampão, pH 7,00 a 20oC: dissolver 3,800 g de fosfato de potássio monobásico (KH₂PO₄) e 3,415g fosfato de sódio dibásico (Na₂HPO₄) em água e diluir a 1000 mL em balão volumétrico ou usar um tampão comercialmente disponível.

5.4. Equipamentos:

5.4.1. medidor de pH com ajuste de curva e controle de temperatura;

5.4.2. balança analítica com intervalo de escala de 0,01 g;

5.4.3. eletrodo de vidro e um eletrodo de referência ou um eletrodo combinado de performance equivalente;

5.4.4. termômetro, capaz de determinar 1°C;

5.4.5. frascos de plástico ou vidro de tamanho suficiente para acomodar a suspensão mais 10% de volume de ar; e

5.4.6. agitador de frascos tipo Wagner, capaz de promover a agitação da suspensão sem causar ruptura da estrutura da amostra.

5.5. Preparação:

5.5.1. preparar a amostra de acordo com o item 1.1. ou 1.3. conforme o caso;

5.5.2. determinar a densidade da amostra de acordo com o item 3; e

5.5.3. tomar uma massa da amostra, em balança com precisão de 1g, equivalente a uma alíquota de 60 mL. A massa deverá ser calculada utilizando-se da densidade aferida de acordo com o item 3. Transferir a amostra para o frasco. Adicionar 300 mL de água, tampar e agitar a rotação de 40 rpm por 1 (uma) hora. No caso da espuma fenólica utilizar o bloco padrão já lavado conforme o item 1.3. Passar através desse bloco, 100 mL de água deionizada e recolher a água que escoar livremente, onde será feita a determinação do pH.

5.6. Procedimento:

5.6.1. calibração do pHmetro: calibrar o pHmetro como descrito no manual do fabricante, usando pelo menos duas soluções tampão apropriadas; e

5.6.2. medida do pH: ajustar o pHmetro como indicado no manual de calibração. Medir a temperatura da suspensão tomando cuidado para que as temperaturas da solução tampão e da amostra não difiram mais que 1°C. Agitar a suspensão apenas antes de medir e determinar o pH da suspensão. Ler o pH após a estabilização, isto é, quando a leitura não variar mais que 0,1 unidade de pH por 15 (quinze) segundos. Anotar o valor da medida com precisão de uma casa decimal.

6. Determinação de Condutividade Elétrica

6.1. Introdução Método instrumental para determinação em rotina da condutividade elétrica em um extrato de água com substrato para plantas. A determinação é feita para avaliar o conteúdo de eletrólitos solúveis em água nos substratos.

OBS: O método não é aplicável a materiais com calagem ou a lodo de esgoto e não é adequado para materiais como lã de rocha e espuma fenólica.

6.2. Princípio A amostra é extraída com água em uma razão de extração 1 +5(v/v) para dissolver os eletrólitos. A condutividade elétrica específica do extrato é determinada e o resultado é ajustado para a temperatura de 25°C.

6.3. Reagentes:

6.3.1. água com condutividade <0,2 mS/m (<0,02 dS/m) a 25°C com pH >5,6;

6.3.2. solução de cloreto de potássio 0,100 mol/L: dissolver 7,456g de KCl (previamente seco a 105°C por duas horas) em água e diluir a 1000 mL em um balão volumétrico. A condutividade elétrica da solução a 25°C é 12,90 dS/m; e

6.3.3. solução de Cloreto de potássio 0,010 mol/L: adicionar 100 mL da solução de cloreto de potássio 0,100 mol/L em um balão volumétrico de um litro e completar com água. Outra maneira é dissolver 0,7456 g de KCl (previamente seco a 105°C por duas horas) em água deionizada e completar o volume a 1L. A condutividade elétrica da solução a 25°C é 1,41 dS/m.]

6.4. Equipamentos:

6.4.1. condutímetro com cela de condutividade e equipado com correção de temperatura automática e resolução menor que 0,01 dS/m a 25°C;

6.4.2. balança analítica com intervalo de escala de 0,01 g;

6.4.3. termômetro, com resolução máxima de 1°C;

6.4.4. frascos de plástico ou vidro de tamanho suficiente para acomodar a suspensão mais 10% de volume de ar;

6.4.5. agitador de frascos tipo Wagner capaz de promover a agitação da suspensão sem causar ruptura da estrutura da amostra (40 rpm); e

6.4.6. papel de filtro faixa branca ou similar.

6.5. Preparação:

6.5.1. preparar a amostra de acordo com o item 1.1 ou item 1.3, conforme o caso;

6.5.2. determinar a densidade da amostra de acordo com o item 3;

6.5.3. tomar uma massa da amostra, em balança com precisão de 1g, equivalente a uma alíquota de 60 mL. A massa deverá ser calculada utilizando-se da densidade aferida de acordo com o item 3. Transferir a amostra para o frasco, adicionar 300 mL de água, tampar e agitar por 1 (uma) hora no agitador. Filtrar a suspensão descartando os primeiros 10 mL; No caso da espuma fenólica, utilizar o bloco padrão lavado conforme o item 1.3, acrescentar 100 mL de água deionizada e recolher este volume, sem agitação, para a determinação da condutividade elétrica; e

6.5.4. determinar a condutividade após uma hora de extração do filtrado em mS/cm ou dS/m de acordo com as instruções do fabricante do equipamento. As medidas deverão ser corrigidas para 25°C e expressas em mS/cm.

7. Determinação da CTC de substratos e condicionadores de solo

7.1. Introdução O método proposto é uma adaptação do método para determinação da capacidade de troca de cátions (CTC) em turfas pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC).

7.2. Princípio O método se baseia na ocupação dos sítios de troca do material pelos íons hidrogênio provenientes da solução de ácido clorídrico utilizada. Posteriormente, os íons hidrogênio são deslocados com a solução de acetato de cálcio a pH 7 e o ácido acético formado é titulado com solução padronizada de hidróxido de sódio. O carvão ativo é empregado para prevenir as perdas dos materiais orgânicos solúveis durante a lavagem.

7.3. Reagentes:

7.3.1. carvão ativado p.a.;

7.3.2. solução de HCl 0,5 mol/L : diluir 42 mL de HCl concentrado em água e completar o volume a 1.000 mL em balão volumétrico;

7.3.3. solução 0,5 mol/L de acetato de cálcio mono-hidratado: pesar 81,1 g do sal acetato de cálcio mono-hidratado, dissolver em água utilizando-se béquer de 1.000 mL, elevando o volume a 900 mL, aproximadamente. Ajustar o pH da solução a 7,0, com hidróxido de amônio ou ácido acético concentrado e completar o volume a 1.000 mL em balão volumétrico;

7.3.4. solução 0,1 mol/L de hidróxido de sódio. Dissolver 4 g de NaOH p.a. em 1 L de água;

7.3.5. Fenolftaleína 1% - esta solução é preparada dissolvendo se 1g de Fenolftaleína em 100 mL de álcool; e

7.3.6. Biftalato ácido de potássio ou biftalato.

7.4. Equipamentos:

7.4.1. funil de Buchner (tamanho: 55mm de diâmetro, volume: 77 mL);

7.4.2. Kitasatos com 1 L de capacidade;

7.4.3. bomba de vácuo;

7.4.4. agitador tipo Wagner;

7.4.5. bureta com suporte ou titulador;

- 7.4.6. papel de filtro faixa azul;
- 7.4.7. frasco erlenmeyer de 250 mL;
- 7.4.8. agitador magnético (barra de ímã + vareta);
- 7.4.9. pisseta; e
- 7.4.10. copos de 250 mL.

7.5. Procedimento:

7.5.1. Padronização do NaOH 0,1 mol/L: dissolver 0,5000 g do biftalato ácido de potássio para erlenmeyer de 250-300 mL e acrescentar cerca de 50 mL de água deionizada e 10 gotas de fenolftaleína. Transferir a solução preparada de NaOH 0,1 mol/L para a bureta e titular a solução do erlenmeyer até obter a cor levemente rosada do indicador. Anotar o volume gasto. Repetir por, no mínimo, mais duas vezes e calcular a média dos volumes gastos desde que não sejam discrepantes. Calcular a concentração da solução de NaOH pela expressão:

$$C \text{ (mol/L)} = 500 / (204,229 \times V) \text{ onde:}$$

V é o volume médio, em mL da solução de NaOH gasto na titulação.

7.5.2. Pesar 5,000 g da amostra de substrato ou condicionador e 2,000 g de carvão ativado, transferindo-os para erlenmeyer de 250 mL. Fazer prova em branco acrescentando apenas o carvão;

7.5.3. Juntar 100 mL de HCl 0,5 mol/L, medido em proveta e agitar durante 30 (trinta) minutos no agitador tipo Wagner;

7.5.4. Preparar o conjunto de filtração a vácuo, usando kitasato, funil de Buchner com papel faixa azul de diâmetro suficiente para cobrir o fundo;

7.5.5. Umedecer o papel de filtro, aplicar sucção moderada e transferir o conteúdo do erlenmeyer, lavando-o com porções de água destilada;

7.5.6. Fazer sucessivas lavagens do material retido no funil, desagregando-o com jatos provenientes de uma pisseta e enchendo o funil, até 1 cm de sua borda. Proceder uma nova lavagem apenas após todo o líquido de lavagem anterior ter sido drenado;

7.5.7. Efetuar o número de lavagens suficiente para se ter um volume de 350 a 400 mL no kitasato;

7.5.8. Terminada a fase de lavagens, desprezar este primeiro líquido de lavagem contido no kitasato e trocar este kitasato utilizado até aqui, por outro de igual capacidade (1000 mL);

7.5.9. Transferir 100 mL de solução de acetato de cálcio 0,5 mol/L para copo de 250 mL. Esse volume de solução será distribuído sobre toda a superfície do material em sucessivas porções de 10 mL, sob vácuo reduzido, para permitir uma lenta percolação. Uma nova porção de solução de acetato de cálcio apenas será adicionada, após a porção anterior ter sido drenada para o kitasato;

7.5.10. Lavar o material retido com porções de água destilada até totalizar um volume de aproximadamente 300 mL no kitasato;

7.5.11. Transferir a solução contida no kitasato para um erlenmeyer de 500 mL e titular com solução 0,1 mol/L de NaOH padronizada, empregando-se fenolftaleína como indicador; e

7.5.12. Conduzir uma prova em branco, empregando-se o carvão ativado e omitindo a presença da amostra.

7.6. Cálculos Sendo V_a e V_b os volumes, em mL, de solução de NaOH 0,1 mol/L (a concentração a ser usada deve ser aquela calculada no item 7.5.1) gastos nas titulações das soluções das amostras e da prova em branco, respectivamente, e m é a massa em gramas da amostra de substrato. A CTC será fornecida pela expressão: $CTC \text{ (mmol/kg)} = \{[(V_a - V_b) \times C_{NaOH} \text{ (mol/L)}] \times 1000\} / m \text{ (g)}$ ou tendo-se a densidade em kg/m³, tem-se a seguinte expressão para calcular a CTC em mmol/dm³ $CTC \text{ (mmol/dm}^3\text{)} = \{[(V_a - V_b) \times C_{NaOH} \text{ (mol/L)}] \times \text{densidade (kg/m}^3\text{)}\} / m \text{ (g)}$.

7.7. Referências Cavins, T.J.; Whipker, B.E.; Fonteno, W.C.; Harden, B; Mc Call, I. and Gibson, J.I. Monitoring and Managing pH and EC Using the PourThru Extraction Method. Horticulture Information Leaflet 590, 17p. Disponível em <http://www.ces.ncsu.edu/floriculture>. Rodella, A.A.; Alcarde, J.C. Avaliação de materiais orgânicos empregados como fertilizantes. Scientia Agrícola, Piracicaba, 51 (3): 556-562, 1994 Williams, S. (ed) Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 14 ed. Arlington: AOAC, 1984. 1141p.

D.O.U., 24/05/2007 - Seção 1