

RESUMO

Este documento, que é uma norma técnica, prescreve o método a ser adotado na determinação das relações sílica-alumina e sílica-sesquióxidos em solos. Indica a concentração dos reagentes, o procedimento adotado, bem como os cálculos para determinação das relações moleculares.

ABSTRACT

This document presents the procedure for determination of the relations silica-alumina and silica-sesquioxide of soils. It prescribes the and the molecular relations calculation.

SUMÁRIO

- 0 Apresentação
- 1 Objetivo
- 2 Referências
- 3 Reagentes
- 4 Amostras
- 5 Ensaios
- 6 Cálculos e resultados

0 APRESENTAÇÃO

Esta Norma decorreu da necessidade de se adaptar, quanto à forma, a DNER-ME 030/88 à DNER-PRO 101/93, mantendo-se inalterável o seu conteúdo.

Macrodescriptores MT: ensaio, ensaio em laboratório, ensaio de solo, método de ensaio

Microdescriptores DNER: ensaio, ensaio de laboratório, ensaio de solo, solo (estado natural)

Palavras-chave IRRD/IPR: ensaio (6255), método de ensaio (6288), solo (4156)

Descritores SINORTEC: ensaio, ensaio de laboratório, ensaio de solo, solos

Aprovada pelo Conselho de Administração em 25/11/88

Resolução nº 3060/88, Sessão nº CA/ 45/88

Processo nº 20100024209/88-4

Autor : DNER/DrDTc (IPR)

Adaptação da DNER-ME 030/88 à DNER-PRO 101/93,

aprovada pela DrDTc em 13/04/94.

1 OBJETIVO

Este método tem por objetivo fixar o processo para determinação das relações sílica-alumina e sílica-sesquióxidos em solos.

2 REFERÊNCIA

2.1 Referências bibliográficas

No preparo desta Norma foram consultados os seguintes documentos:

- a) Método de Ensaio DNER-ME 030/88, designada Determinação das relações sílica-alumina e sílica-sesquióxidos em solos;
- b) Boletim técnico n° 7 da equipe de pedologia e fertilidade do solo do Ministério da Agricultura.

3 REAGENTES

3.1 Solução de ácido sulfúrico 1:1

Medir 500 ml de ácido sulfúrico concentrado ($d = 1,84$) e colocar, vagarosamente, em bécher de 2 000 ml contendo 500 ml de água destilada; deixe esfriar e guardar em frasco de vidro com boa vedação.

3.2 Solução de carbonato de sódio a 5%

Dissolver 25 gramas de carbonato de sódio anidro, pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar a 500 ml, em frasco volumétrico com rolha esmerilhada. Guardar em frasco plástico.

3.3 Solução de hidróxido de sódio a 30%

Dissolver 30 gramas de hidróxido de sódio, pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar a 100 ml, em frasco volumétrico com rolha esmerilhada.

3.4 Solução de cloreto de bário a 5%

Dissolver 5 gramas de cloreto de bário, pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar a 100 ml, em frasco volumétrico com rolha esmerilhada.

3.5 Solução 0,05 de EDTA

Dissolver 18,610 0 g de sal dissódico do ácido etileno - diamino - tetra - acético (EDTA), pró-análise, previamente seco a 105 °C até massa constante, em água destilada, e completar o volume a 1000 ml em balão volumétrico com rolha esmerilhada. Guardar na geladeira em frasco plástico.

3.6 Solução 0,05 M de sulfato de zinco

Dissolver 14,378 0 g de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$, pró-análise, em 500 ml de água destilada. Completar o volume a 1000 ml, em balão volumétrico com rolha esmerilhada.

3.7 Solução tampão

Deve conter uma molécula-grama de ácido acético e outra de acetato de amônio por litro. Um modo prático de preparar a solução tampão é a partir do ácido acético glacial (99%) e hidróxido de amônio concentrado, pró-análise. Preliminarmente, diluir 6 ml do ácido acético em 50 ml de água e titular com amônio concentrada, usando azul de bromotimol como indicador, até virar para verde azulado ou azul esverdeado. A seguir, num balão volumétrico com rolha esmerilhada de 1000 ml, colocar 120 ml de ácido concentrado, diluir com pequeno volume de água destilada e em seguir juntar dez vezes o volume de amônia concentrada utilizada na titulação anterior; completar o volume. Guardar em frasco cor âmbar.

3.8 Indicador ditizona (difeniltiocarbazona) a 0,025%

Dissolver 0,025 g de ditizona, em 100 ml de álcool etílico 95%, pró-análise. É conveniente preparar esta solução na ocasião do emprego, podendo ser usada, no máximo, por 2(dois) a 3(três) dias se colocada em geladeira.

3.9 Solução de ácido clorídrico 1:1

Diluir um volume de HCl concentrado ($d = 1,19$), pró-análise, em igual volume de água destilada.

3.10 Solução de hidróxido de sódio a 40%

Dissolver 400 g de NaOH, pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar a 1 000 ml, em frasco volumétrico com rolha esmerilhada.

3.11 Indicador fenolftaleína

Dissolver 0,1 g de fenolftaleína em 100 ml de álcool etílico 95%, pró-análise, em frasco conta-gotas.

3.12 Solução 1 N de permanganato de potássio

Dissolver 32 g de KMnO_4 , pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar o volume a 1 000 ml em frasco volumétrico com rolha esmerilhada. Guardar em frasco cor âmbar.

3.13 Solução de cloreto estanoso

Dissolver 65 g de cloreto estanoso, pró-análise, em 65 ml de HCl concentrado ($d = 1,19$) e completar o volume a 500 ml com água destilada, em balão volumétrico com rolha esmerilhada. Juntar à solução fragmentos de estanho metálico. Guardar a solução em frasco de cor âmbar.

3.14 Solução saturada de cloreto mercúrico

Dissolver 60 g a 100 g de cloreto mercúrico, pró-análise, em pequeno volume de água destilada e completar a 1000 ml, em frasco volumétrico com rolha esmerilhada. Guardar em frasco de cor âmbar.

3.15 Solução fosfo-sulfúrica

Adicionar 150 ml de H_2SO_4 concentrado ($d = 1,84$) e 150 ml de H_3PO_4 concentrado ($d = 1,70$) a 500 ml de água destilada. Esfriar a solução à temperatura ambiente e completar o volume a 1000 ml, em balão volumétrico com rolha esmerilhada.

3.16 Indicador difenilamina a 1%

Dissolver 1 g de difenilamina, pró-análise, em 100 ml de ácido sulfúrico ($d = 1,84$). Guardar em frasco contendo gotas de cor âmbar.

3.17 Solução de dicromato de potássio 0,050 1 N

Dissolver 4,913 3 g de $K_2Cr_2O_7$, pró-análise, em água destilada e completar o volume a 2 000 ml, em balão volumétrico. O dicromato de potássio deve ser previamente seco em estufa a 130 °C por 1(uma) hora. Guardar em frasco de cor âmbar.

4 AMOSTRA

A amostra de solo utilizada no ensaio deve ser seca ao ar. Em tabuleiro de madeira, espalhar pouco mais de 2 Kg de amostra seca ao ar, desfazer os grumos com auxílio de rolo de madeira (evitando quebrar as partículas existentes) e peneirar através de malhas de 2mm de diâmetro; a porção que passa na peneira de 2mm constituirá a amostra para ensaio.

5 ENSAIO

Para a execução deste ensaio são necessárias as seguintes operações:

5.1 Determinação do fator de correção (f) para 100 °C a 105 °C

Pesar exatamente quantidade próxima de 10 gramas de amostra seca ao ar, em pesa-filtro tarado, de forma baixa. Deixar durante a noite em estufa de 100 °C a 105 °C, resfriar em dessecador e pesar a amostra seca em estufa.

$$f = \frac{\text{peso da amostra seca ao ar}}{\text{peso da amostra seca em estufa}}$$

Os resultados obtidos nos itens 5.3, 5.4 e 5.5 são multiplicados pelo fator (f), a fim de referi-los à mistura seca em estufa, ou seja 100 °C a 105 °C.

5.2 Ataque sulfúrico da amostra

Colocar 2 g de amostra seca ao ar em Erlenmeyer de 500 ml ou em balão de fundo chato de 250 ml, provido de condensador de refluxo esmerilhado; adicionar 50 ml de H_2SO_4 1:1. Ferver durante 30 minutos. Adicionar aproximadamente 50 ml de água destilada e filtrar para balão volumétrico de 250 ml; lavar o resíduo com água destilada, tendo o cuidado de transferir a totalidade do material insolúvel para o papel de filtro. Completar o volume do filtrado e homogeneizar. Determinar SiO_2 na parte insolúvel e R_2O_3 no filtrado.

5.3 Determinação da sílica

Transferir o resíduo que ficou no papel de filtro para bécher de aço de 600 ml de capacidade, empregando nessa operação 150 ml de solução de carbonato de sódio a 5%. Ferver brandamente, com refrigeração sobre bécher, a fim de não concentrar a solução de carbonato. É essencial que o todo ferva durante meia hora para garantir a completa dissolução da sílica resultante do ataque aos silicados. Adicionar 1 ml de NaOH a 30%,

transferir o todo para balão aferido de 200 ml e lavar o bécher com solução de carbonato de sódio a 5%; resfriar, completar o volume, homogeneizar e filtrar. Pipetar 50 ml do filtrado para bécher de 250 ml, de forma baixa, juntar com cuidado 25 ml de H_2SO_4 concentrado ($d = 1,84$) e 5 ml de HNO_3 concentrado; aquecer em banho de areia até desprendimento de fumaças brancas. Esfriar, diluir com 100 ml de água destilada, agitar com bastão de vidro e esperar pelo menos 1 hora; filtrar em papel de filtração rápida e lavar com água destilada fria até ausência de reação de sulfato no filtrado, verificada com solução quente de cloreto de bário a 5%. Secar em estufa a $100\text{ }^\circ\text{C}$, calcinar por 1(uma) hora em cadinho tarado de platina ou porcelana, em mufla, de $900\text{ }^\circ\text{C}$ a $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$. Esfriar em dessecador e pesar (p). A percentagem de sílica é dada pela seguinte fórmula:

$$\% \text{SiO}_2 = 200 \times p \times f$$

onde:

p = peso do resíduo calcinado;

f = fator de correção para $100\text{ }^\circ\text{C}$ a $105\text{ }^\circ\text{C}$.

5.4 Determinação do alumínio

Colocar 50 ml do filtrado do ataque sulfúrico, obtido do item 5.2, em balão volumétrico de 100 ml, juntar uma gota de fenolftaleína e hidróxido de sódio a 40% até aparecimento da coloração rósea, acrescentando mais 2 ml após a viragem. Mergulhar o balão aferido em banho maria fervente durante meia hora. Resfriar, completar o volume, filtrar e pipetar 25 ml do filtrado para Erlenmeyer de 250 ml. Neutralizar, gota a gota, com HCl 1:1, redissolvendo totalmente o precipitado de $Al(OH)_3$ que se formar, evitando excesso superior a duas gotas de ácido clorídrico. Usando pipeta, juntar 10 ml da solução de EDTA 0,05 M (para solos com teor de Al_2O_3 até 20%), passando para 15 ml quando o teor de Al_2O_3 for superior. A seguir adicionar 10 ml da solução tampão e ferver durante 1 minuto; resfriar, juntar 10 ml de água destilada e 40 ml de álcool etílico, pró-análise. Adicionar 2 ml de ditizona e titular com solução de $ZnSO_4$ 0,05 M, sendo o ponto de viragem a mudança das cores verde-violeta para vermelho-brilhante.

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 2,55 (t_1 - t_2)f$$

onde:

t_1 = ml de solução de EDTA 0,05 M;

t_2 = ml de solução de $ZnSO_4$ 0,05 M;

f = fator de correção para $100\text{ }^\circ\text{C}$ a $105\text{ }^\circ\text{C}$.

5.5 Determinação do ferro

Pipetar 50 ml do extrato sulfúrico (item 5.2) para Erlenmeyer de 500 ml, adicionar gota a gota solução 1 N de permanganato de potássio, até aparecimento de coloração roxa permanente: nesse ponto, adicionar 20 ml de ácido clorídrico 1:1 e levar à ebulição. Assim que iniciar a ebulição, tirar do fogo e adicionar solução de cloreto estanoso, por meio de um conta-gotas, até que a coloração amarela nítida de cloreto férrico desapareça. Em alguns casos o descoloramento não é completo. Evitar excesso superior a uma gota. Juntar 100 ml de água destilada, de preferência gelada, e logo em seguida 10 ml de solução saturada de cloreto mercúrico. Esfriar o líquido, e após 2 minutos adicionar 15 ml de solução fosfo-sulfúrica, 3 gotas de difenilamina a 1% e titular imediatamente com solução 0,050 1 N padronizada de dicromato de potássio, até coloração violeta.

$$\%Fe_2O_3 = n \times f$$

onde:

n = ml de dicromato de potássio 0,050 1 N;

f = fator de correção para 100 °C a 105 °C.

6 CÁLCULOS E RESULTADOS

6.1 Relação molecular entre sílica e alumina (K_i)

$$K_i = \frac{\% SiO_2 \div 60}{\% Al_2O_3 \div 102}$$

ou

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

6.2 Relação molecular entre sílica, sesquióxidos de ferro e alumínio (K_f)

$$K_f = \frac{\% SiO_2 \div 60}{\% Al_2O_3 \div 102 + \% Fe_2O_3 \div 160}$$
