

Analyse do potassio assimilavel nas terras

JACQUES ARIÉ

do Instituto Biologico do Estado
Ex. Cathedratico da Escola Sup. de Agricultura
de Piracicaba

Deparando com dois estudos, ultimamente publicados (1), sobre a analyse do potassio assimilavel nas terras e pensando que semelhante trabalho poderia interessar alguns chimicos agricolas, resumimos para elles os processos usados em Java e Indo China franceza, claramente expostos e bem interpretados, nos referidos estudos.

A analyse do potassio nas terras araveis é de grande importancia. Nas condições em que ella é geralmente feita, nos laboratorios, apresenta serias difficuldades devidas principalmente a sua morosidade que é exigida pela indispensavel e successiva eliminação dos seus varios constituintes: materia organica, saes de ferro, de Aluminio, de Calcio, de Magnesio etc.

A determinação do potassio total, pelos processos conhecidos, tem um valor muito relativo e o que mais interessante se torna na apreciação d'aquelle elemento fertilisante é o conhecimento do seu teor assimilavel, da casa dos milligrs.

A Theeproefstation de Buitenzorg em Java adota para esse fim um processo que consiste em principio, na precipitação do potassio por meio de um reactivo, o nitrito duplo de cobalto e de sodio e na sua determinação por uma solução titulada de permanganato de potassio.

A vantagem do processo é grande no que se refere á eliminação dos varios constituintes da terra. Effectivamente não

se torna necessario, para a boa marcha da operação e para a precisão dos resultados analyticos, eliminar todas as substancias acima especificadas. Os acidos phosphorico e sulfurico, os metaes alcalino-terrosos presentes na terra não prejudicam a applicação do processo analytico. Mas é, no emtanto, indispensavel afastar a materia organica e os saes de ferro e de aluminio, unicas substancias cuja presença prejudicaria immensamente os resultados da analyse.

No Instituto de pesquisas agronomicas de Laïgon (Indo China franceza) o methodo da estação Javaneza foi pelo seu assistente Crantrong Khoi, sensivelmente melhorado e é sobre este assumpto que chamamos a attenção dos interessados.

No seu processo primitivo como é elle applicado na Theeproefstation de Buitenzorg a operação é conduzida da seguinte forma :

Quinze grammas de terra fina e secca ao ar são introduzidas n'um frasco de 750 c. c. de capacidade, com 300 c. c. de HCL $\frac{N}{20}$.

Depois de agitado por meio de movimento de translação alternativa de 10 cms., mais ou menos e com uma velocidade de 70—80 movimentos por minuto, deixa-se o frasco descançar até o dia seguinte. Filtra-se. Retiram-se do filtrado 200 c. c. de solução equivalentes a 10 grammas de terra. Depois de concentrado até pequeno volume neutralisa-se por meio de uma solução de soda a 5^o/. Logo depois evapora-se a secco em banho Maria. Lava se o residuo com cerca de 20 c. c. d'agua. Depois de fervido filtra-se, lavando o filtro com pequenas quantidades de agua quente. Ao filtrado adicionam-se 5 c. c. de uma solução a 10^o de nitrito duplo de cobalto e sodio.

Acidificado o liquido com uma solução de acido acetico a 10^o/, evapora-se em banho Maria até consistencia pastosa. Acidifica-se novamente com uma solução de acido acetico (10^o/) evaporando-se em seguida no banho Maria até consistencia pastosa. Nova addição de 20 c. c. de solução acetica e depois de 20 minutos de contacto filtra-se n'um becher lavando o filtro com uma solução a 2^o de chlorreto de sodio.

O filtro é introduzido n'um copo (Becher). Adicionam-se

um volume conhecido de MnO_4K a $\frac{N}{100}$, 100 c. c. de agua quente e por ultimo 5 c. c. de acido sulfurico a $\frac{1}{2}$. Deixa-se ferver durante um minuto. Adiciona-se um excesso de acido oxalico

$\frac{N}{100}$, fervendo se em seguida cerca de um minuto

Titula-se por meio do $MnO^*K \frac{N}{100}$.

A diferena entre o primeiro volume conhecido de MnO^*K e o da titulao representa o numero de c. c. necessarios para a oxydao do nitrito duplo de cobalto e de potassio. Multiplicado este numero pelo coeeficiente 0.0785 ter-se- o numero correspondente de milligrammas de potassio.

Este  o processo primitivo nos seus detalhes. Uma primeira modificao foi feita pelo Instituto de pesquisas agronomicas de Hanoı e que consiste na substituio da filtrao em papel filtro pela centrifugao, eliminando-se desta forma o inconveniente, para titulao pelo permanganato, da presena do filtro.

A soluo de NaCl usada para lavar o precipitado foi tambem eliminada, substituindo-se ella por uma soluo de sulfato de sodio e evitando-se desta forma que o chloro desprendido possivelmente a quente pela aco do acido sulfurico sobre o NaCl, possa prejudicar a titulao.

No Instituto de Laıgon, o NaCl foi substituido pelo sulfato de ammonio e a centrifugao por outro processo de lavagem; por seu lado a evaporao at consistencia pastosa, depois de addio do acido acetico, foi levada at secco.

A lavagem mereceu um trabalho especial por parte do Sr. Crantong Khoi. E' alis a parte mais delicada do processo em sua relao com a preciso dos resultados.

A filtrao pode ser feita de diversos modos : a) em filtros communs chatos lavando-os tantas vezes quantas forem precisas; b) por meio da centrifugao renovando-se frequentemente a agua de lavagem; c) por meio de cadinhos de gooch e lavagens auxiliadas pela aspirao no vacuo.

Todos os tres modos de operar, diz o A, apresentam inconvenientes. Convem evitar os. Estes inconvenientes provêm da presença do filtro no frasco onde se effectua a titulação; da grande superficie de filtração que augmenta a retenção do liquido e difficulta a rapidez da lavagem; da perda possível de materia por dissolução; da decantação no caso da centrifugação, por meio de siphão que pode tambem provocar perdas possíveis; da presença de amiantho nos cadinhos de gooch que se torna difficil lavar bem e que offerece uma superficie de retenção notavel; da impossibilidade de se effectuar, com facilidades, dosagens em series.

O A. adopta o cadinho de gooch, no qual em vez de usar a placa perfurada de porcelana e o amiantho prefere servir-se de uma rodella de papel filtro, bem adoptada ao diametro do cadinho acima dos furos, fazendo-se para esse fim uma aspiração do filtro previamente molhado, que desta forma, applica se perfeitamente ao fundo do cadinho.

As vantagens que decorrem deste modo de filtrar são evidentes e podem ser resumidas: simplicidade; operações rapidas; superficie de lavagem muito reduzida; pequena rodella de papel filtro, introduzida no frasco em que se faz a titulação, que não perturba a operação e não influe sobre os resultados; possibilidades de se proceder a analyses em series.

Convem apenas tomar as necessarias precauções afim de que durante a aspiração se evite, pelas paradas bruscas, frequentes e intermitentes da aspiração, que o filtro se destaca do seu suporte levantando-se, dando assim ao precipitado a possibilidade de sahir pelos furos do cadinho. São aliás detalhes de technica já bem conhecidos dos manipuladores e que é ocioso lembrar aqui.

A precisão dos resultados analyticos dependem muito ainda, do modo pelo qual foram eliminados a materia organica, o ferro e o aluminio. Com effeito, a presença no liquido de diminutas quantidades destas substancias difficulta a filtração pelo precipitado gelatinoso formado, contribuindo ainda para falsar os resultados com a possível retenção de traços do reactivo usado na precipitação do potassio.

Por seu lado, a presença da materia organica, mesmo de-

pois de eliminados, por completo, o ferro e o aluminio, provoca uma coloração do liquido, difficulta a formação e a filtração ulterior do precipitado e influe sobre a titulação pelo permanganato.

No Instituto de pesquisas agronomicas de Laïgon foi adoptada a seguinte marcha de operação :

A. Com o emprego da soda para eliminação do ferro e do aluminio. Depois de ter filtrado a solução de terra (processo Theeproefstation de Buitenzorg) tomar 200 c. c. da solução equivalente a 10 grs. de terra. Adicionar 1—2 c. c. de agua oxygenada a 100 vol. Evaporar até 100 c. c. mais ou menos. Neutralisar tão exactamente quanto possivel com soda a 4^o/. Filtrar em pequeno filtro chato, lavar com agua quente. Concentrar até pequeno volume. Reacidificar com acido acetico a 10^o/. Evaporar completamente a secco em banho de areia. Filtrar lavando com agua fervente. Concentrar até pequeno volume (10 c. c. approximadamente. Reacidificar com acido acetico a 10^o/>.

Adicionar 5 c. c. de uma solução a 10^o do reactivo nitrito duplo de cobalto e de sodio. Evaporar a secco no banho maria. Redissolver, depois de frio, em 20 c. c. de acido acetico a 10 o/0. Filtrar em seguida depois de completa redissolução sobre cadinho de gooch (sem placa movel perforada, apenas com rodella de papel filtro bem adaptada). Lavar com solução de acido acetico a 5^o/0 e em seguida com solução de sulfato de ammonio a 2^o/. Introduzir o precipitado no copo em que foi feita a precipitação. Adicionar volume conhecido de MnO₄K N. Adicionar 100 c. c. de agua quente e em seguida 5 c. c. de 50

acido sulfurico ao $\frac{1}{2}$. Aquecer até inicio da ebullição e com excesso de acido oxalico $\frac{N}{50}$. Titular com permanganato a $\frac{N}{50}$.

B. Com o emprego do ammonio.

Depois de filtrada a solução de terra, tomar 200 c. c. de liquido, correspondentes a 10 grs. de terra. Neutralisar com um pequeno excesso de ammonio. Aquecer até inicio de ebullição, filtrar e depois lavar com agua quente; evaporar a secco. Calcinar ao vermelho escuro durante dez minutos para destruir os

saes ammoniacaes e a materia organica. Filtrar e depois lavar com agua quente. Concentrar até pequeno volume e em seguida acidificar com algumas gottas de acido acetico a 10%. Adicionar 5 c. c. de uma solução a 10₀/₀ de reactivo cobalti-sodio. Continuar como precedentemente.

Nos estudos comparativos feitos empregando soda caustica de ammoniaco, os resultados analyticos foram mais favoraveis com o emprego de ammoniaco. A calcinação evidentemente é uma operação suplementar e um inconveniente ;a mais, ella permite porem uma eliminação mais completa do ferro e do aluminio assim como da materia organica de onde resulta uma melhor precipitação e filtração do cobaltnitrito de potassio.

Para as terras não muito ricas em ferro e aluminio o methodo pela soda com previa addição de agua oxygenada é tambem bom.

(1) *Crantrong Khoi* — Assistant á l'Institut des Recherches Agronomiques de Laïgon. — Mise au point des methodes de dosage volumetrique d'acide phosphorique et de potasse par l'introduction d'un nouveau mode de lavagem. Annales et falsification des fraudes n.o 292 (Avril 1933) p. p. 217—222—Paris.

Crantrong Khoi — Dosage de la potasse assimilable dans des terres indochinoises. Annales agronomiques N.o 4 — Juillet—Acul 1933 p. p. 522 — 528 — Paris.

L A U R A D O R E S !

O combate á "broca do café", (*Stephanoderes Hampei*) asenta, sobretudo, nas seguintes medidas importantes .

- a) repasse cuidadoso.
- b) expurgo do café colhido e de todo material proveniente de zona idfestada ou suspeita.
- c) cotação prophylatica.

Notae bem !

A vespa de Uganda, ainda em observação entre nós, só deve ser considerada, por emquanto, como um factor secundario de combate á broca. Confiar só no trabalho della e abandonar as outras medidas, redunda em completo fracasso.