

BRAGANTIA

Boletim Científico do Instituto Agrônômico do Estado de S. Paulo

Vol. 27

Campinas, outubro de 1968

N.º 32

REDUÇÃO DO TEMPO DE DIGESTÃO NA DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO EM SOLOS (1)

FLÁVIO VERLENGIA e HERMANO GARGANTINI, *engenheiros-agrônomo*s,
Seção de Fertilidade do Solo, Instituto Agrônômico

SINOPSE

Foi estudada a redução do tempo de digestão na determinação do nitrogênio total em solos, assim como a perda desse nutriente durante a sua determinação. Procurou-se comparar o efeito de alguns catalisadores, como sulfato de cobre, óxido de mercúrio e selênio. Diversos tempos de ataques foram estudados, desde 10 até 960 minutos (16 horas).

Verificou-se que as maiores reduções de tempo foram obtidas com o selênio, utilizado como catalisador, em presença de óxido de mercúrio, particularmente em solos onde o ataque se mostrou mais difícil. O catalisador tradicional — sulfato de cobre — foi o menos eficiente. A utilização do selênio, não provocou perda de nitrogênio durante a digestão.

1 — INTRODUÇÃO

Dos vários nutrientes das plantas o nitrogênio é, provavelmente, o que tem sido objeto de maior volume de estudos e pesquisas.

Esse elemento, no solo, ocorre principalmente na forma orgânica, existindo pequenas quantidades nas formas amoniacal e nítrica.

O método utilizado tradicionalmente na determinação do nitrogênio total (orgânico + amoniacal) em solos, é o de Kjeldahl, em que o sulfato de cobre é utilizado como catalisador. Em laboratórios, onde se determina o nitrogênio em amostras de

(1) Trabalho apresentado no XI Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, realizado em Brasília, no período de 17 a 27 de julho de 1967. Recebido para publicação em 10 de novembro de 1967.

solos, é justamente nessa transformação do elemento que reside o estrangulamento do trabalho, por ser demasiado demorada a digestão.

Trabalhos de Lauro (6), Osborn (8) e de Davis, Sandstedt e Snider citados por Patel (9), e muitos outros, mostram o efeito de pequenas quantidades de selênio ou de alguns de seus compostos, como catalisadores na determinação do nitrogênio total pelo método de Kjeldahl.

Lauro (6), utilizando selênio e oxiclureto de selênio como catalisadores na determinação do nitrogênio total em trigo, farinha de trigo e torta de algodão, conseguiu reduzir o tempo de digestão em cerca de um terço, quando comparado com sulfato de cobre e óxido de mercúrio.

Grabarov (5), usando anidrido selenioso, ácido selenioso e seleneto de cobre como catalisadores, conseguiu redução sensível no tempo de digestão, em solos.

Arinushkina (2) determinou o nitrogênio em solos pelo método de Kjeldahl semi-micro, usando sulfato de cobre e selênio, obtendo boa recuperação.

Brummer (4), trabalhando com solo, estudando diferentes variações do método Kjeldahl, verificou que o selênio e o mercúrio foram mais eficientes que o cobre. Estudou ainda as condições em que ocorre perda de nitrogênio com o uso de selênio. Verificou que o método de Kjeldahl semi-micro, na determinação de nitrogênio em solo, apresentou os mesmos resultados que o método macro-Kjeldahl.

Alves (1) recomenda o uso da mistura de selênio e óxido de mercúrio como catalisadores na determinação de nitrogênio total em solos, pois o tempo de digestão foi menor, e obteve boa recuperação, embora inferior àquela quando se utilizou sulfato de cobre.

Pesquisas realizadas por Osborn e Krasnitz (8) e por Davis, Sandstedt e Snider citados por Patel (9) afirmam que o uso de selênio, só ou em combinação com outros catalisadores, ocasiona perda de nitrogênio.

Poe e Nalder (10) verificaram que não houve perda de nitrogênio, com o uso de mistura que continha selênio, sulfato de cobre e óxido de mercúrio, na determinação desse nutriente em compostos orgânicos.

Ashton (3), usando selênio na determinação de nitrogênio em capins e solos, verificou que a digestão só se completa algum tempo após a clarificação, e que o prolongamento da digestão, por várias horas, não ocasiona perdas do elemento.

Sreenivasan e Sadasivan (12), e esses mesmos autores citados por Patel (9), estudaram o mecanismo da catálise do selênio, e verificaram que esse elemento atua como eficiente transportador de oxigênio, quando aquecido com ácido sulfúrico, provocando redução da matéria orgânica por meio de reações reversíveis bastante rápidas, envolvendo a formação de ácidos selênico e selenioso, em presença e em ausência de óxido de mercúrio, respectivamente. O ácido selênico, por ser instável, é decomposto em selênio, o que resulta em maior capacidade de oxidação que o ácido selenioso. Isso explica as ações sinérgicas do selênio e do óxido de mercúrio, na catálise de oxidação.

Outros autores (9) verificaram que o uso de selênio como catalisador resulta em perda de nitrogênio, quando, após a clarificação, o material ainda permanece em aquecimento prolongado. Mostraram que melhor recuperação do nitrogênio é obtida, quando utilizada a combinação de selênio e óxido de mercúrio. Isto é motivado pela formação do complexo Hg-NH_4^+ , que é mais resistente à oxidação do que o sal de amônia.

Rondini (11), utilizando selênio, mostrou que a recuperação do nitrogênio foi de 99,9% após dez minutos de digestão. Com o emprêgo de sulfato de cobre, a mesma recuperação somente se tornou possível após três horas de ataque.

Com a finalidade de determinar a redução possível no tempo de digestão, na determinação do nitrogênio total em solos do Estado de São Paulo, assim como a perda desse nutriente durante a sua determinação, é que foi conduzido o experimento.

2 — MATERIAIS E MÉTODOS

Foram escolhidas doze amostras de solos do Estado de São Paulo, com grandes variações nos teores de nitrogênio. O quadro 1 indica o Grande Grupo de solo a que pertencem as amostras, assim como as procedências e os teores de matéria orgânica.

As amostras foram preparadas por secagem ao ar e tamisação através de peneira de 1 milímetro.

QUADRO 1. — Unidades de solo, procedência e teor de carbono ⁽¹⁾ das amostras submetidas a ensaio

Solo N.º	Unidade de solo	Município	Carbono %
1	Latossolo Roxo	Ribeirão Preto	2,87
2	Latossolo Roxo	Campinas	2,23
3	Latossolo Roxo	Ribeirão Preto	1,88
4	Hidromórfico	Jacarei	22,30
5	Hidromórfico	Taubaté	21,00
6	Hidromórfico	Pariquera-Açu	2,55
7	Latossolo Vermelho Escuro-Orto	Capão Bonito	2,34
8	Latossolo Vermelho Escuro-fase arenosa	Vera Cruz	1,52
9	Latossolo Vermelho Escuro-fase arenosa	Promissão	0,41
10	Podzólico Vermelho Amarelo-Orto	Monte Alegre do Sul	2,34
11	Podzólico Vermelho Amarelo-Orto	Monte Alegre do Sul	1,81
12	Podzolizado de Lins e Marília — var. Marília	Pompéia	2,18

⁽¹⁾ Determinação por combustão, via sêca, em forno, a 850°C.

Conforme os teores de nitrogênio, tomaram-se amostras de 0,5, 1,0 ou 2,0 gramas de solos. Estas foram colocadas em balões de Kjeldahl de 110 ml, adicionando-se os catalisadores previstos, após o que foram levemente umedecidas e tratadas com 10 ml de ácido sulfúrico 95%.

Os tratamentos estudados foram os seguintes:

- a) 2,0 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- b) 2,0 g de K_2SO_4 + 0,5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- c) 2,0 g de K_2SO_4 + 0,2 g Se
- d) 2,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 0,2 g Se
- e) 2,0 g K_2SO_4 + 0,3 g HgO
- f) 2,0 g K_2SO_4 + 0,3 g HgO + 0,2 g Se

O sulfato de potássio em pó foi substituído pelo de sódio, com o qual se obteve a mesma eficiência. Os balões de digestão foram colocados sobre aquecedores elétricos (550 watts, 220 volts), sobre os quais foram adaptadas telas de amianto, de forma côncava, para obter aquecimento conveniente e mais uniforme durante a digestão.

Após o período de digestão, determinado para cada amostra, os balões foram resfriados à temperatura ambiente, completado o volume e homogeneizados.

Retiraram-se alíquotas de 15 ml para análise em aparelho micro-Kjeldahl de destilação. A técnica da destilação e o aparelho utilizado foram os recomendados por Steyemark e outros (13). A amônia destilada foi recebida em ácido bórico (7) e titulada com ácido clorídrico contido em micro-bureta.

Tôdas as determinações foram feitas em três repetições. No quadro 2 figuram os dados médios obtidos dessas repetições.

Considerou-se concluído o ataque das amostras de solo em estudo, quando os teores de nitrogênio não sofreram mais, em função do tempo de digestão, variações para mais ou para menos dos teores antes determinados. Os teores não apresentando variações para mais, mostravam que o ataque estava concluído. Esses teores não variando para menos, comprovavam que não ocorria perda do nitrogênio, com o aumento no tempo de digestão. Dessa forma foi determinado o ponto máximo e, ao mesmo tempo, teoricamente exato.

QUADRO 2. — Porcentagem média de nitrogênio com a variação do tempo

Solo	Catalisador	Tempo de digestão (minutos)					
		10	20	30	60	90	120
1	a	-----	-----	-----	0,25	-----	0,27
	b	-----	-----	0,27	0,28	-----	0,29
	c	-----	0,28	0,29	0,29	0,30	0,30
	d	-----	-----	0,26	0,28	-----	-----
	e	-----	-----	0,27	0,28	0,29	0,29
	f	-----	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30
2	a	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	b	-----	-----	-----	0,16	-----	0,17
	c	-----	-----	0,16	0,17	0,19	-----
	d	-----	-----	-----	-----	0,15	-----
	e	-----	-----	0,15	-----	0,17	0,19
	f	-----	-----	0,16	0,19	0,19	-----
3	a	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	b	-----	-----	-----	-----	-----	0,15
	c	-----	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
	d	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	e	-----	-----	-----	0,15	0,15	0,16
	f	-----	0,14	0,15	0,16	0,16	0,16
4	a	-----	-----	-----	1,06	-----	1,13
	b	-----	-----	-----	1,17	-----	-----
	c	1,16	1,21	1,23	1,25	1,27	1,30
	d	-----	-----	1,13	1,15	-----	1,22
	e	-----	-----	1,18	1,21	1,26	1,28
	f	-----	-----	1,15	1,25	1,30	1,30
5	a	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	b	-----	-----	-----	-----	-----	1,00
	c	-----	-----	-----	1,04	1,05	1,07
	d	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	e	-----	-----	-----	-----	1,05	-----
	f	-----	-----	1,05	1,05	1,06	1,09
6	a	-----	-----	-----	-----	-----	0,13
	b	-----	-----	-----	0,15	0,16	0,16
	c	-----	0,15	0,17	-----	0,17	-----
	d	-----	-----	-----	-----	0,13	0,15
	e	-----	-----	-----	-----	-----	0,13
	f	-----	0,15	0,17	-----	0,17	-----

de digestão e de catalisadores obtida em análises de diferentes solos

Tempo de digestão (minutos)								
180	240	300	360	480	600	720	840	960
----- 0,29 0,30 0,29 0,30 0,30	0,28 0,30 0,30 ----- 0,29 ----- 0,30	----- 0,30 ----- 0,29 0,30 ----- 0,30	0,29 0,30 ----- 0,30 ----- -----	0,29 0,30 ----- ----- ----- -----	0,30 ----- ----- 0,30 ----- ----- -----	0,30 ----- ----- ----- ----- ----- -----	0,30 ----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,17 ----- 0,17 ----- -----	0,15 ----- 0,19 ----- ----- 0,19	----- 0,18 ----- ----- ----- -----	0,17 0,19 0,19 0,18 0,19 0,19	----- 0,19 ----- 0,19 ----- -----	0,17 0,19 ----- ----- ----- -----	0,19 ----- ----- 0,19 ----- ----- -----	0,19 ----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,15 0,16 0,14 ----- 0,16	----- 0,16 ----- ----- ----- -----	----- 0,16 0,15 0,16 0,16	----- 0,16 ----- 0,15 ----- -----	0,14 ----- ----- 0,16 ----- -----	0,15 ----- ----- ----- ----- -----	0,16 ----- 0,16 ----- ----- -----	0,16 ----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- ----- -----
1,17 1,23 1,30 1,25 1,29 -----	1,20 1,25 1,30 1,25 1,30 1,30	1,20 1,25 1,30 1,29 1,30 1,30	1,22 1,25 ----- 1,30 1,30 -----	----- 1,28 ----- 1,30 ----- -----	1,24 1,30 ----- ----- ----- -----	1,26 1,30 ----- ----- ----- -----	1,30 ----- ----- ----- ----- ----- -----	1,30 ----- ----- ----- ----- ----- -----
----- ----- 1,09 ----- 1,07 -----	0,93 ----- ----- 1,02 1,09 1,07 1,09	----- 1,02 1,09 1,05 ----- -----	----- 1,03 ----- 1,09 1,09 1,09	1,02 1,04 1,09 ----- ----- -----	1,04 1,09 ----- 1,09 ----- -----	1,09 ----- ----- ----- ----- ----- -----	----- 1,09 ----- ----- ----- ----- -----	1,09 ----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,17 0,17 0,17 0,17 0,17	0,15 ----- ----- ----- ----- -----	0,17 0,17 0,17 ----- ----- 0,17	----- ----- ----- 0,17 0,17 -----	0,17 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- ----- -----

(Continua)

QUADRO 2. — (Continuação)

Solo	Catalisador	Tempo de digestão (minutos)					
		10	20	30	60	90	120
7	a	----	----	----	----	----	----
	b	----	----	----	0,12	----	0,13
	c	----	0,12	0,13	0,13	0,13	----
	d	----	----	----	----	----	----
	e	----	----	----	0,12	0,13	0,13
	f	----	0,12	0,13	----	0,13	----
8	a	----	----	0,07	0,08	0,09	0,09
	b	----	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10
	c	0,09	0,10	0,10	----	0,10	----
	d	0,08	0,09	0,09	----	0,10	----
	e	----	0,09	0,09	0,09	0,10	0,10
	f	0,09	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
9	a	----	----	0,01	0,01	0,02	0,02
	b	0,02	0,02	0,02	----	0,02	----
	c	0,02	0,02	0,02	----	0,02	----
	d	----	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02
	e	0,01	0,02	0,02	----	----	----
	f	0,02	0,02	0,02	----	0,02	----
10	a	----	----	----	----	----	----
	b	----	----	0,13	0,14	----	0,14
	c	----	0,14	0,14	0,15	0,15	----
	d	----	----	----	----	----	----
	e	----	----	----	----	0,13	0,14
	f	----	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15
11	a	----	----	----	----	----	----
	b	----	----	----	----	----	0,12
	c	----	0,11	0,12	0,13	----	0,13
	d	----	----	----	----	----	----
	e	----	----	----	0,11	----	0,12
	f	----	0,11	0,12	0,13	----	0,13
12	a	----	----	----	----	----	0,12
	b	----	----	----	----	0,12	0,12
	c	----	0,12	0,13	0,13	----	0,13
	d	----	----	----	----	0,12	0,13
	e	----	----	----	----	0,12	0,13
	f	----	0,12	0,13	0,13	----	0,13

Tempo de digestão (minutos)

180	240	300	360	480	600	720	840	960
----- 0,13 0,13 0,11 ----- 0,13	0,11 ----- ----- ----- 0,13 -----	----- ----- ----- 0,12 ----- 0,13	----- 0,13 0,13 0,12 ----- -----	0,12 ----- ----- 0,13 ----- -----	0,13 ----- ----- 0,13 ----- -----	0,13 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----
0,09 ----- 0,10 0,10 0,10 -----	0,10 0,10 ----- 0,10 ----- -----	0,10 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----
0,02 0,02 0,02 ----- 0,02 -----	0,02 ----- ----- 0,02 ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	0,02 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,15 0,15 ----- 0,14 -----	0,13 0,15 ----- ----- 0,15 0,15	----- ----- ----- 0,14 ----- -----	0,14 0,15 0,15 0,14 0,15 0,15	----- ----- ----- 0,15 ----- -----	0,14 ----- ----- 0,15 ----- -----	0,15 ----- ----- ----- ----- -----	0,15 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,13 0,13 0,11 0,13 0,13	0,10 0,13 ----- ----- 0,13 -----	----- ----- ----- 0,12 ----- -----	----- ----- ----- 0,13 ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	0,12 ----- ----- 0,13 ----- -----	0,13 ----- ----- ----- ----- -----	0,13 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----
----- 0,13 ----- ----- 0,13 -----	0,12 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- 0,13 0,13 0,13 0,13	0,12 0,13 ----- ----- ----- -----	0,13 ----- ----- ----- ----- -----	0,13 ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----	----- ----- ----- ----- ----- -----

3 — RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos no presente experimento acham-se arrolados no quadro 2, e representam as quantidades em porcentagem de nitrogênio total dos solos estudados.

Pelos dados verifica-se facilmente que dentro do objetivo dêste trabalho, que procura estudar a redução do tempo de digestão do solo para determinação do nitrogênio, o método em que se utiliza unicamente o sulfato de cobre como catalisador foi o que apresentou os resultados mais demorados. Mesmo em solos arenosos (amostra 8), verificou-se ser necessária a duração de 4 horas para completar o ataque. O tempo de 90 minutos, que é o usualmente utilizado na determinação, mostrou-se insuficiente para completar o ataque, em qualquer dos solos dos grandes grupos estudados, principalmente para os Hidromórficos e para o Latossolo Roxo, que necessitaram, no mínimo, de 10 horas para completar o ataque.

Quando o sulfato de cobre foi usado juntamente com o sulfato de potássio (tratamento *b*), verificou-se uma redução no tempo de ataque. Mesmo assim, o menor tempo de ataque foi de 90 minutos, em amostra de solo arenoso.

A aplicação, na digestão do solo, de uma mistura de sulfato de cobre e selênio (tratamento *d*) provocou sensível redução no tempo de ataque, chegando na amostra 8 a se completar em 90 minutos. Verificou-se, comparando com o tratamento *a*, que a presença do selênio deu maior eficiência ao tratamento, reduzindo muito o tempo de ataque.

Colocou-se a seguir o tratamento *e*, que utilizou como catalisador o óxido de mercúrio em presença de sulfato de potássio. Na maioria dos solos estudados, êsse catalisador trouxe redução acentuada no tempo de digestão, evidenciando a maior eficiência do óxido de mercúrio em relação ao sulfato de cobre.

Indiscutivelmente, os melhores resultados quanto à redução do tempo de digestão dos solos, para determinação de nitrogênio, foram conseguidos com os catalisadores utilizados nos tratamentos *c* e *f*. Os efeitos dêsses catalisadores foram sensivelmente melhores. Em solos como o Latossolo Roxo (amostra 12), o ataque foi completado em apenas 30 minutos. Quando se utilizou apenas o sulfato de cobre, o tempo necessário foi de 8 horas.

Em solos de fácil digestão, quando se empregou selênio como catalisador ou quando êste entrou em mistura com óxido de mercúrio, o tempo necessário ficou reduzido a 20 ou 30 minutos. Sòmente em solos com alto teor de nitrogênio — solos Hidromórficos e Latossolo Roxo — é que o tratamento *f* suplantou, em muito pouco, o tratamento *c*.

Observa-se assim que o selênio mostrou ser excelente catalisador, reduzindo sensivelmente o tempo de digestão do solo.

Os dados obtidos neste experimento mostraram que o uso de selênio não provoca a perda de nitrogênio, mesmo com o aquecimento prolongado após a clarificação. Êsses resultados confirmam os obtidos por alguns autores (2, 3, 10 e 11), porém contrariam totalmente os alcançados por outros (1, 4, 8 e 9) e Davis, Sandstedt e Snider citados por Patel (9).

4 — CONCLUSÕES

Com os resultados obtidos neste trabalho, as seguintes conclusões podem ser tiradas:

a) O selênio mostrou-se excelente catalisador, reduzindo sensivelmente o tempo de digestão em solos para a determinação do nitrogênio.

b) Em solos com alto teor em nitrogênio, a mistura catalisadora de selênio e óxido de mercúrio reduziu mais ainda o tempo de digestão.

c) O uso de selênio como catalisador não provocou perda de nitrogênio, mesmo quando submetido a prolongado aquecimento após a clarificação.

REDUCTION OF DIGESTION TIME IN THE DETERMINATION OF TOTAL NITROGEN IN SOILS

SUMMARY

By using the Kjeldahl method in the determination of total nitrogen in soils, the effect of various catalysts related with digestion time and with possible nitrogen losses was studied.

The experiment was carried out by using the catalysts $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; HgO and Se in six treatments.

Results indicated that a pronounced reduction on digestion time was obtained by using selenium as catalyst.

Best results, however, were obtained by using a mixture of selenium and mercury oxide, principally for soils of very difficult digestion (organic soil and "terra roxa" soil).

In all treatments $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ was the less efficient. Use of selenium did not cause loss of nitrogen.

LITERATURA CITADA

1. ALVES, J. A. & ALVES, E. L. N. Sobre a determinação do azoto em solo pelo macro-método de Kjeldahl. *Melhoramento* 5:77-83, 1952. (Resumo em *Soils and Fertilizers* 16:97, 1953)
2. ARINUSHKINA, E. V. & BOLTENKO, T. P. Determination of total nitrogen in small soil samples. *Vest. Moskov. Univ.* 5, Ser. Fiz. Mat. Estest. Nauk N.º 2, 117-124, 1950. (Resumo em *Soils and Fertilizers* 14:366, 1951)
3. ASHTON, F. L. Selenium as a catalyst in the Kjeldahl method as applied to soil and grass analysis. *J. agric. Sci.* 26:239-248, 1936.
4. BRUMNER, J. M. Determination of nitrogen in soil by the Kjeldahl method. *J. agric. Sci.* 55:11-33, 1960.
5. GRABAROV, P. G. & VISHNEVSKAYA, E. N. The effectiveness of various catalysts in accelerating the combustion of soils by the Kjeldahl method for the determination of total nitrogen. *Izv. Akad. Nauk kazakh. SSR, Ser. Bot. Pochvoved.* 2(5):54-59, 1959. (Resumo em *Soils and Fertilizers* 24:343, 1961)
6. LAURO, M. F. Use of selenium as catalyst in determination of nitrogen by Kjeldahl method. *Industr. Engng. Chem. (Anal.)* 3(4):401-402, 1931.
7. LOTT, W. L.; NERY, J. P.; GALLO, J. R. & MEDCALF, J. C. A técnica de análise foliar aplicada ao cafeeiro. New York, IBC Research Institute, 1956. 27p. (Boletim 9)
8. OSBORN, R. A. & KRASNITZ, A. A study of the Kjeldahl method. III — Further comparisons of selenium with mercury and with copper catalysts. *J. Ass. off. Agric. Chem.* 17:339-342, 1934.
9. PATEL, S. M. & SREENIVASAN, A. Selenium as catalyst in Kjeldahl digestions. *Analyt. Chem.* 20:63, 1948.
10. POE, C. F. & NALDER, M. E. Combination of catalysts to reduce digestion time in determination of nitrogen. I — In organic compounds. *Industr. Engng. Chem. (Anal.)* 7(3)189, 1935.

11. SERVICI DE RONDINI, M. A. Evaluación del nitrógeno orgánico en suelos por Kjeldahl sin destilación. Rev. Invest. agric., B. Aires, 3:309-318, 1949. (Resumo em Soils and Fertilizers 14:292, 1951)
12. SREENIVASAN, A. & SADASIVAN, V. Estimation of nitrogen by Kjeldahl method. Nature of the action of selenium. Industr. Engng. Chem. (Anal.) 11:314-315, 1939.
13. STEYEMARK, A. et alii. Recommended specifications for micro-chemical apparatus. Micro-Kjeldahl nitrogen. Analyt. Chem. 23:523-528, 1951.