

Manual de Métodos de Análise de Solo

2ª edição revista

Na^+

CaCO_3

Mg^{++}

KCl

pH

ZnSO_4

Fe_2O_3

Al^{+++}

NaOH

Ca^{++}

MgSO_4

$\text{cmol}_c / \text{Kg}$

Embrapa



ISSN 1517-2627

Dezembro, 2011

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Solos
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

Documentos 132

Manual de Métodos de Análise de Solo

**2ª edição
revista**

Embrapa Solos
Rio de Janeiro, RJ
2011

Embrapa Solos

Rua Jardim Botânico, 1.024 - Jardim Botânico. Rio de Janeiro, RJ

Fone: (21) 2179-4500

Fax: (21) 2274-5291

Home page: www.cnps.embrapa.br

E-mail (sac): sac@cnps.embrapa.br

Comitê Local de Publicações

Presidente: Daniel Vidal Pérez

Secretário-Executivo: Jacqueline Silva Rezende Mattos

Membros: Ademar Barros da Silva, Cláudia Regina Delaia, Maurício Rizzato Coelho, Elaine Cristina Cardoso Fidalgo, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Ana Paula Dias Turetta, Fabiano de Carvalho Balieiro, Quitéria Sônia Cordeiro dos Santos.

Supervisor editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Normalização bibliográfica: *Ricardo Arcanjo de Lima*

Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Capa: *Éduardo Guedes Godoy*

2ª edição

1ª impressão (2011): online

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

D674m Donagema, Guilherme Kangussú.

Manual de métodos de análise de solos / organizadores, Guilherme Kangussú
Donagema... [et al.]. — Dados eletrônicos. — Rio de Janeiro : Embrapa Solos, 2011.
230 p. - (Documentos / Embrapa Solos, ISSN 1517-2627 ; 132)

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Modo de acesso: < <http://www.cnps.embrapa.br/publicacoes/> > .

Título da página da Web (acesso em 21 dez. 2011).

1. Análise do solo. 2. Análise física . 3. Análise química 4. Análise mineralógica. I. Campos, David Vilas Boas de. II. Calderano, Sebastião Barreiros. III. Teixeira, Wenceslau Gerales. IV. Viana, João Herbert Moreira. V. Título. VI. Série.

CDD (21.ed.) 631.40202

© Embrapa 2011

Organizadores

Guilherme Kangussú Donagema

Pesquisador A da Embrapa Solos; D.Sc. Física do Solo. E-mail: donagemma@cnps.embrapa.br

David Vilas Boas de Campos

Pesquisador A da Embrapa Solos; D.Sc. Fertilidade do Solo/Tecnologia de Fertilizantes.
E-mail: davidcampos@cnps.embrapa.br

Sebastião Barreiros Calderano

Pesquisador B da Embrapa Solos; M.Sc. Geologia e Mineralogia de Solos.
E-mail: sebast@cnps.embrapa.br

Wenceslau Geraldes Teixeira

Pesquisador A da Embrapa Solos; Ph.D. Geoecologia.
E-mail: wenceslau@cnps.embrapa.br

Joao Herbert Moreira Viana

Pesquisador A da Embrapa Milho e Sorgo; D.Sc. Solos e Nutrição de Plantas.
E-mail: jherbert@cnpms.embrapa.br

Apresentação

A Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa), através do Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Embrapa Solos), centro que é referência para pesquisa de solos no Brasil, tem desenvolvido, entre outras atividades técnico-científicas, manuais de trabalho de campo e laboratório, bem como procedimentos para execução de levantamentos de solos e de avaliação do potencial de uso das terras, voltados para o estabelecimento de critérios e parâmetros obtidos a partir de descrições morfológicas e ampla caracterização analítica. Além disso, a Embrapa Solos vem trabalhando em pesquisas que visam o uso sustentável dos solos tropicais.

Com esta publicação, pretende-se dotar a comunidade científica ligada à Ciência do Solo de meios para a obtenção de dados analíticos essenciais para identificação, classificação e interpretação de levantamentos necessários ao planejamento do uso dos solos das regiões tropicais.

Esta edição apresenta o mesmo conteúdo da anterior, sendo que foram revistas as unidades, alguns conceitos e a descrição dos métodos analíticos, o que deverá favorecer os usuários das mais diversas áreas da Ciência do Solo à uniformidade analítica.

Maria de Lourdes Mendonça Santos Brefin
Chefe Geral Embrapa Solos

Prefácio

O presente manual, em sua 2ª edição, reúne métodos clássicos empregados na caracterização física, química e mineralógica de solos, incluindo métodos internacionais e nacionais desenvolvidos e adaptados pela Embrapa Solos (antigo Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos) para solos tropicais de carga variável, durante várias décadas de pesquisa em Ciência do Solo.

Os métodos apresentados neste manual estão divididos em três partes: análises físicas, análises químicas e análises mineralógicas. Em cada uma das partes detalham-se aspectos metodológicos que facilitam o entendimento dos procedimentos analíticos e sua execução, incluindo alguns essenciais ao desenvolvimento de trabalhos específicos de pesquisa.

As determinações analíticas descritas são feitas nas amostras secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 2 mm (terra fina seca ao ar - TFSA). Os resultados obtidos para as amostras são multiplicados pelos respectivos fatores de umidade para expressar os valores a 105°C (terra fina seca em estufa - TFSE).

A expressão dos resultados está de conformidade com o Sistema Internacional de Unidades (SI). Por se tratar de relações entre expressões de resultados, relações como C/N, Ki, Kr não sofreram quaisquer alterações quando confrontadas com os resultados apresentados na 1ª edição do manual.

A água utilizada é destilada e, em casos de determinações de elementos residuais e micronutrientes, a água, além de destilada, é deionizada.

A vidraria não foi listada, visto que é a normalmente utilizada em todos os laboratórios do gênero.

Os equipamentos listados em cada método representam as opções e disponibilidades instrumentais dos laboratórios do CNPS.

As abreviações EAA e EAM referem-se ao espectrofotômetro de absorção atômica e espectrofotômetro de absorção molecular, respectivamente.

Os procedimentos descritos no presente manual requerem medidas de segurança que devem ser observadas. O manuseio de reagentes tóxicos e voláteis deve ser realizado em capela. Ao realizar a impregnação da amostra na confecção de lâminas delgadas de solo, além da capela, o operador deve trabalhar com máscara e luvas de proteção.

O controle de qualidade dos dados analíticos obtidos pela equipe laboratorial é feito através de supervisão permanente de técnicos de nível superior.

Ao longo da preparação desta nova edição, contou-se com a colaboração de profissionais das mais diversas áreas. Cabendo destacar o apoio dado em todas as fases da elaboração desse manual, pelas chefias da Embrapa Solos - Maria de Lourdes Mendonça Santos Brefin (Chefe Geral) e Daniel Vidal Pérez (Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento); na diagramação feita por Jacqueline Silva Rezende Mattos; na atualização das normas de referências bibliográficas por Ricardo Arcanjo de Lima; na confecção da capa por Eduardo Guedes Godoy; e no desenho das figuras por Cláudio Edson Chaffin.

Por fim, deve-se ressaltar o esforço dos autores da 1ª edição deste manual, Luiz Bezerra de Oliveira, José Lopes de Paula, Washington de Oliveira Barreto, Maria Amélia de Moraes Duriez, Ruth Andrade Leal Johas, Raphael Minnoti Bloise, José Flávio Dynia, Gisa Castellini Moreira, Loiva Lizia Antonello e Therezinha da Costa Lima Bezerra, e da 2ª edição deste manual, Marie Elisabeth Christine Claessen, Washington de Oliveira Barreto, José Lopes de Paula e Mariza Nascimento Duarte, bases do presente trabalho.

Rio de Janeiro, RJ
Os Autores

Sumário

Apresentação	
Parte I - Análises Físicas	13
1. Preparo da amostra	15
2. Terra fina, cascalho e calhaus	17
3. Umidade atual	19
4. Umidade residual e fator "f"	21
5. Umidade obtida no aparelho extrator de Richards	23
6. Umidade obtida com a mesa de tensão	26
7. Densidade do solo	29
8. Densidade de partículas	35
9. Porosidade total	37
10. Microporosidade (Método Mesa de Tensão)	39
11. Macroporosidade	41
12. Análise granulométrica (Dispersão Total)	43
13. Argila dispersa em água	54
14. Grau de floculação	56
15. Relação silte/argila	57
16. Condutividade hidráulica	58
17. Volume de saturação	61
18. Percentagem de agregados	63

19. Limite de liquidez	67
20. Limite e índice de plasticidade	71
21. Limite de pegajosidade	73
22. Limite de contração (LC) (Método do Mercúrio Metálico)	75
23. Grau de contração (GC)	78
24. Superfície específica (Método Simplificado)	79
25. Separação de argila e silte para análises de raios X	82
26. Coeficiente de extensibilidade linear (COLE)	84
27. Expressão dos resultados	87
28. Bibliografia	89

PARTE II - Análises Químicas	95
1. pH (H_2O , KCl e $CaCl_2$)	97
2. Carbono orgânico	99
3. Nitrogênio total	103
4. Capacidade de troca de cátions (CTC) e bases trocáveis	107
5. Acidez do solo	121
6. Hidrogênio extraível	128
7. Valor T – CTC (Capacidade de Troca de Cátions)	129
8. Valor V (Percentagem de Saturação de Bases)	130
9. Percentagem de saturação por alumínio	131
10. Percentagem de saturação por sódio	132
11. Troca compulsiva (CTC e CTA)	133
12. Ponto de carga zero (PCZ)	137
13. Ataque sulfúrico	140
14. Sílica	143
15. Ferro no extrato sulfúrico	146
16. Alumínio no extrato sulfúrico	149
17. Titânio no extrato sulfúrico	152

18. Manganês no extrato sulfúrico	156
19. Fósforo no extrato sulfúrico	158
20. Relações moleculares Ki e Kr	161
21. Relação molecular Al_2O_3/Fe_2O_3	163
22. Ferro, alumínio, manganês e sílica extraíveis	164
23. Sais solúveis	170
24. Equivalente de carbonato de cálcio	183
25. Necessidade de gesso	185
26. Enxofre	187
27. Microelementos	190
28. Fósforo assimilável	193
29. Ataque triácido	196
30. Expressão dos Resultados	198
31. Bibliografia	200

PARTE III - Análises Mineralógicas	213
1. Confecção de lâminas delgadas de solo	215
2. Difratomia de raios X	221
3. Análise mineralógica de grãos	226
4. Bibliografia	229

Parte I

Análises Físicas

PREPARO DA AMOSTRA

1.1 Princípio

Separação das frações do solo seco ao ar ou estufa a 40°C por tamisação, para determinação da proporção destas frações e seu encaminhamento para fins de análises físicas, químicas e mineralógicas.

1.2 Procedimento

- Colocar a amostra depois de protocolada em tabuleiro de madeira de 40 x 60 x 8 cm, espalhar e destorroar os torrões existentes manualmente.
- Deixar em local ventilado e seco até completa dessecação ao ar.
- Pesar e anotar a massa da amostra que vai ser preparada.
- Proceder o destorroamento colocando a amostra sobre peça de couro de 60 x 60 cm e 4 a 5 mm de espessura, separando para um lado a fração grosseira. Pressionar manualmente um rolo de madeira até desfazer os torrões maiores. Ter o cuidado para não quebrar pedras ou concreções.
- Verter a amostra destorroada para um conjunto de 2 peneiras, uma em cima de malha de 20 mm e outra em baixo com malha de 2 mm.
- O material retido na peneira de 20 mm (calhaus) e na de 2 mm (cascalho) deve ser colocado em cápsula de porcelana com água, mais 10 mL de NaOH 1 mol L⁻¹, agitando com auxílio de um bastão várias vezes durante o dia e mantido por uma noite nesta solução.
- Lavar bem estes materiais sobre peneira com malha de 2 mm.

- Deixar secar em estufa, esfriar e pesar cada fração. Colocar o material em sacos plásticos com etiquetas identificadoras das amostras e enviar para a análise mineralógica.

1.3 Reagente

Hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹ - pesar 40 g de hidróxido de sódio e dissolver em 1 L de água.

1.4 Equipamento

Peneiras de 20 mm e 2 mm.

Balança.

Estufa.

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

TERRA FINA, CASCALHO E CALHAUS

2.1 Princípio

Quantificar as frações terra fina, cascalho e calhaus presentes na amostra original, através da pesagem de cada uma dessas frações.

2.2 Cálculos

Com a massa da amostra original, do cascalho e dos calhaus, calcular as seguintes expressões:

$$T_{casc} = \left(\frac{b}{a} \right) \times 1000$$

$$T_{calh} = \left(\frac{c}{a} \right) \times 1000$$

$$T_{tf} = [1000 - (T_{calh} + T_{casc})]$$

T_{casc} = Teor de cascalhos (g kg⁻¹)

T_{calh} = Teor de calhaus (g kg⁻¹)

T_{tf} = Teor de terra fina (g kg⁻¹)

a = massa total da amostra (g)

b = massa do cascalho (g)

c = massa dos calhaus (g)

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

UMIDADE ATUAL

3.1 Princípio

Determinação do teor de umidade presente na amostra de solo, transportada em embalagem impermeável e vedada.

3.2 Procedimento

- Colocar a amostra, com ou sem estrutura deformada, em lata de alumínio numerada e de massa conhecida.
- Pesar e transferir para estufa a 105 – 110°C, deixando nesta condição durante 24 horas.
- Retirar da estufa, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar.

3.3 Cálculo

3.3.1 Umidade gravimétrica ($kg.kg^{-1}$)

$$Ug = \left(\frac{a-b}{b} \right)$$

3.3.2 Umidade volumétrica ($m^3.m^{-3}$)

$$Uv = \left(\frac{a-b}{c} \right)$$

$$U_v = U_g \times d_s$$

U_g = Umidade gravimétrica (kg.kg^{-1})

U_v = Umidade volumétrica ($\text{m}^3.\text{m}^{-3}$)

a = massa da amostra úmida (kg)

b = massa da amostra seca (kg)

c = volume da amostra (dm^3)

d_s = densidade do solo (kg dm^{-3})

3.4 Equipamento

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

UHLAND, R.E. Rapid method for determining soil moisture. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.15, p.391-393, 1951.

UMIDADE RESIDUAL E FATOR “f”

4.1 Princípio

UR - Umidade contida na amostra de solo, após preparada e seca ao ar ou estufa a 40°C.

Fator “f” - correção dos resultados de análises de solo feitas em terra fina seca ao ar em terra fina seca em estufa a 105°C.

4.2 Procedimento

- Colocar aproximadamente 20 g de solo em erlenmeyer de massa conhecida com aproximação de 0,001 g.
- Pesar em balança de precisão com aproximação de 0,001 g.
- Transferir para estufa a 105°C e deixar durante uma noite.
- Colocar em dessecador, esfriar e pesar com aproximação de 0,001 g.

4.3 Cálculo

$$Ur = \left(\frac{a-b}{b} \right)$$

Ur = umidade residual (kg.kg⁻¹)

a = massa da amostra seca ao ar (kg)

b = massa da amostra seca a 105°C (kg)

$$f = \frac{a}{b}$$

f = Fator "f"

a = massa da amostra seca ao ar (kg)

b = massa da amostra seca a 105°C (kg)

4.4 Equipamento

Estufa.

Balança.

Dessecador.

Erlenmeyer.

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

PAIVA NETTO, J.E.; JORGE, W. de. Estudo preliminar do sistema água-solo-planta no Estado de São Paulo. In. CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 59-79.

UMIDADE OBTIDA NO APARELHO EXTRATOR DE RICHARDS

5.1 Princípio

Amostras de solo saturadas são colocadas em placas de cerâmica ou membrana previamente saturadas e submetidas a uma determinada pressão, até atingir a drenagem máxima da água contida nos seus poros, correspondente à tensão aplicada. Determina-se então a umidade da amostra. As tensões usualmente utilizadas são: 0,01; 0,033; 0,1; 0,5; e 1,5 MPa. Com elas, elabora-se a curva característica de retenção de água do solo.

5.2 Procedimento

- Colocar uma placa de cerâmica de 1 bar para as baixas tensões de 0,01 a 0,1 MPa e uma de 15 bars para as tensões de 0,5 e 1,5 MPa. Antes de colocar as placas, colocar um anteparo ao redor destas para evitar a perda de água.
- Distribuir os anéis de PVC de 5 cm de comprimento e 1 cm de altura na placa porosa e derramar no interior dos anéis 25 a 30 g de solo. Compactar levemente com auxílio de uma lata de mesmo diâmetro.
- Adicionar água na placa de cerâmica, até que o nível desta fique bem próximo da borda do anel de PVC. Deixar as amostras nestas condições, até completa saturação, geralmente durante uma noite.
- Retirar o “anel”, inclinar levemente a placa, a fim de eliminar o excesso de água e colocar no aparelho extrator de Richards.
- Apertar bem os parafusos e abrir os reguladores de pressão, gradativamente, até que o manômetro acuse a pressão desejada.
- Deixar por período de 24 horas ou mais, caso se observe que ainda há drenagem proveniente das amostras.

- Separar uma quantidade de latas de alumínio numeradas e de massa conhecida, igual ao número de amostras.
- Descarregar a pressão, retirar as placas e transferir as amostras imediatamente para as latas, com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável.
- Pesar o mais rapidamente possível, com aproximação de 0,05 g, colocar na estufa, deixar por 24 horas, dessecar, esfriar e pesar novamente.

5.3 Cálculo

$$U = \left(\frac{a-b}{b} \right)$$

U = umidade (kg.kg⁻¹)

a = massa da amostra após ser submetida à pressão utilizada

b = massa da amostra seca a 105°C (kg)

Observação:

O uso de amostras com estrutura indeformada apresenta resultados mais próximos da condição de campo. Por isso deve-se dar preferência a este tipo de amostra.

5.4 Equipamento

Aparelho extrator de Richards.

Placa de cerâmica

Compressor.

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

HAISE, H.R.; HAAS, H.J.; JENSEN, L.R. Soil moisture studies of some great plains soils: 1. Field capacity as related to 1/3 atmosphere percentage, and "Minimum Point as related to 15 and 26 atmosphere percentages. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.19, p. 20-25, 1955.

OLIVEIRA L.B. de. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste. Solos normais, calcários com sais solúveis e salinos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.1, p.7-15, 1966.

PIERANTONI, H. Correlações entre argila e constantes hídricas em latossolos do sul de Mato Grosso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 13., 1971, Vitória. **Resumos...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1973. p.22.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (USDA Agriculture Handbook, 60).

RICHARDS, L. A. A pressure membrane extraction apparatus for soil solution. **Soil Science**, Baltimore, v. 51, p. 377-386, 1941.

RICHARDS, L. A.; WEAVER, L.R. Fifteen atmosphere percentage as related to the permanent wilting percentage. **Soil Science**, Baltimore, v.56, p.331-339, 1943.

RIGHES, A.A.; VEIGA, C.L. Capacidade de campo e retenção de água no solo a baixas tensões com estrutura deformada e não deformada. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE IRRIGAÇÃO E DRENAGEM, 3., 1975, Fortaleza. **Anais...** Fortaleza: Ministério do Interior: ABID: DNOCS, 1976.

UMIDADE OBTIDA COM A MESA DE TENSÃO

6.1 Princípio

Amostras de solo são colocadas sobre a mesa de tensão e saturadas. Ajusta-se a altura da coluna de água abaixo da mesa para 100 cm para se obter uma tensão de 0,01 MPa ou para 60 cm para se obter uma tensão de 0,006 MPa. Esta provoca a drenagem da água retida nos poros do solo, através de sucção provocada pelo vácuo formado na mesa de tensão.

6.2 Procedimento

- Limpar bem a lâmina de vidro e colocar a tela metálica ou de náilon de 0,25 mm de malha e dimensões 40 x 40 cm, de forma centralizada.
- Colocar a primeira folha de mata-borrão com dimensões de 45 x 45 cm centralizada e em seguida adicionar aproximadamente 500 mL de uma suspensão coloidal proveniente da determinação de argila. Nesta operação, o frasco de nível deve ficar numa posição de 60 ou 100 cm abaixo do nível do mata-borrão, dependendo da tensão requerida.
- Comprimir o mata-borrão, passando várias vezes um cilindro de vidro e adicionar gradativamente, mais suspensão coloidal até se obter uma boa uniformidade do material e sem bolhas de ar na tela. Colocar a segunda ou terceira folha, se necessário, do mata-borrão e proceder da mesma forma, como citado anteriormente.
- Fazer o teste de funcionamento da mesa de tensão, que consiste em manter a coluna de água contínua da superfície do mata-borrão até o frasco de nível. No caso de quebra da coluna, levantar e baixar o frasco de nível e adicionar mais suspensão coloidal até se obter o desejado.
- Depois da mesa preparada, colocar sobre o mata-borrão os anéis de PVC de 1 cm de altura e 6 cm de diâmetro. Encher com a terra fina cada anel, comprimindo ligeiramente, com lata de alumínio de mesmo diâmetro.

- Proceder a saturação das amostras, inicialmente por meio de jatos de água de uma pisseta sobre o mata-borrão e depois elevando-se o “frasco de nível” de modo que a lâmina de água fique ligeiramente acima do topo do mata-borrão.

- Cobrir as amostras com bandeja de plástico e deixá-las saturando durante 16 a 24 horas. Em seguida, abaixar o “frasco de nível” para o nível de sucção correspondente a 100 cm de altura de coluna de água. Deixar durante a noite.

- Verificar se não houve quebra da coluna de água. Retirar rapidamente as amostras e colocar em latas de alumínio aferidas e tampar. Pesas as latas com as amostras e transferir para estufa a 105°C. Deixar durante 16 a 24 horas, colocar em dessecador, esfriar e pesar.

6.3 Cálculo

$$U = \left(\frac{a - b}{b} \right)$$

U = umidade (kg.kg⁻¹)

a = massa da amostra após ser submetida à pressão utilizada

b = massa da amostra seca a 105°C (kg)

6.4 Equipamento

Mesa de tensão.

Anéis de PVC.

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

LEAMER, R.W.; SHAW, B. A simple apparatus for measuring moncapillary porosity in extensive scale. **Journal of the American Society of Agronomy**, Washington, v. 33, p. 1003-1008, 1941.

OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela mesa de tensão em amostras de solo com estrutura indeformada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p. 197-200, 1968.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).

PAULA, J. L. de.; OLIVEIRA, L. B. de. **Umidade a 1/10 de atmosfera na terra fina pelos métodos da "panela de pressão" e "mesa de tensão"**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1984. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa, 33).

DENSIDADE DO SOLO

7.1 Método do anel volumétrico

7.1.1 Princípio

Coleta de amostras de solo com estrutura indeformada através de um anel de aço (Kopecky) de bordas cortantes e volume interno de 50 cm³.

7.1.2 Procedimento

- Determinar ou anotar o volume do anel ou cilindro que contém a amostra.
- Pesar o conjunto e anotar a massa, ou transferir a amostra para lata de alumínio numerada e de massa conhecida, e pesar.
- Colocar na estufa a 105°C e, após 24 e 48 horas, retirar, deixar esfriar e pesar.

7.1.3 Cálculo

$$Ds = \frac{a}{b}$$

Ds = densidade do solo (kg.dm⁻³)

a = massa da amostra seca a 105°C (kg)

b = volume do anel ou cilindro (dm³)

Observação:

Verificar, após a retirada da amostra do anel volumétrico, a

eficiência da amostragem e registrar, se for o caso, a presença do enrugamento na periferia da amostra, presença de raízes ou canais.

7.1.4 Equipamento

Anel de Kopecky ou cilindro volumétrico.

Estufa.

Bibliografia:

ARCHER, J. R.; SMITH, P. D. The relation between bulk density, available water capacity and air capacity for soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 23, p. 475-480, 1972.

MILLER, W. F. Volume changes in bulk density samples. **Soil Science**, Baltimore, v. 100, p. 300-304, 1966.

OLIVEIRA L. B. de. **Coeficiente de permeabilidade de dois tipos de solo (aluvial) da Estação Experimental do Curado**. Recife: Instituto Agrônomo do Nordeste, 1961. 32 p. (IAN. Boletim Técnico, 16).

UHLAND, R.E. Physical properties of soils as modified by crops and management. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.14, p.361-366, 1949.

UHLAND, R.E. Rapid method for determining soil moisture. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.15, p.391-393, 1951.

7.2 Método da proveta

7.2.1 Princípio

Determinação da massa de solo compactado necessário para completar o volume de uma proveta de 100 mL.

7.2.2 Procedimento

- Pesar uma proveta de 100 mL, com aproximação de 0,5 a 1 g.
- Encher a proveta com solo, conforme descrito a seguir: colocar, de cada vez, aproximadamente 35 mL, contidos em bécher de 50 mL, deixando cair de uma só vez e em seguida compactar o solo batendo a proveta 10 vezes sobre lençol de borracha de 5 mm de espessura, com

distância de queda de mais ou menos 10 cm; repetir esta operação por mais duas vezes, até que o nível da amostra fique nivelado com o traço do aferimento da proveta.

- Pesar o solo da proveta com a amostra e calcular a densidade de solo.

7.2.3 Cálculo

$$Ds = \frac{a}{b}$$

Ds = densidade do solo (kg.dm⁻³)

a = massa da amostra seca a 105°C (kg)

b = volume de solo na proveta (dm³)

Observação:

Esta determinação exprime a relação massa/volume do solo, sendo seus resultados comparáveis aos obtidos pelo método do anel, apenas para solos arenosos, não sendo recomendáveis para solos argilosos ou estruturados.

7.2.4 Equipamento

Proveta.

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

7.3 Método do torrão

7.3.1 Princípio

Impermeabilização de um torrão ou conglomerado, feita com parafina fundida ou resina SARAN, de maneira a permitir mergulhá-lo em água ou outro líquido e determinar seu volume.

7.3.2 Procedimento

- Pesar o torrão ou conglomerado de 4 a 7 cm de diâmetro, depois de secar ao ar.
- Colocar o mesmo numa placa de petri ou lata de alumínio numerada para identificação da amostra.
- Mergulhar o torrão em parafina fundida (60 – 65°C) ou resina SARAN, até que se obtenha uma perfeita impermeabilização.
- Pesar o torrão depois de impermeabilizado e esfriado.
- Colocar uma alça de arame no prato da balança, juntamente com um contrapeso de 200 g e aferir a balança.
- Introduzir o torrão parafinado em bécher contendo água. Assim, obtém-se a massa do torrão impermeabilizado mergulhado em água.
- Retirar o torrão, partir com uma faca e transferir uma parte deste, sem parafina, para uma lata de alumínio, a fim de determinar a umidade.

7.3.3 Cálculos

$$P_{tor} = \left(\frac{a}{1+b} \right)$$

P_{tor} = Peso do torrão seco a 105°C (kg)

a = massa do torrão úmido (kg)

b = umidade da subamostra (kg kg⁻¹)

$$V_{tor} = ((a - b) - c)$$

V_{tor} = Volume do torrão (dm³)

a = massa do torrão parafinado (kg)

b = massa do torrão parafinado mergulhado em água (kg)

c = volume da parafina = massa da parafina / 0,90 (dm³)

$$Ds = \frac{a}{b}$$

Ds = densidade do solo (kg.dm⁻³)

a = massa do torrão seco a 105°C (kg)

b = volume do torrão (dm³)

7.3.4 Reagente

Parafina.

7.3.5 Equipamento

Balança.

Placa aquecedora.

Termômetro.

Bibliografia:

ARENA, A. **La porosidad de los terrones de suelo**. Buenos Aires: Comisión Nacional de Cultura, 1945. pt.1.

BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2 v. (Agronomy, 9).

BRASHER, B. R.; FRANZMEIER, D. P.; VALASSIS, V.; DAVIDSON, S. E. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk-density and water-retention measurements. **Soil Science**, Baltimore, v. 101, p. 108, 1966.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

FRANZMEYER, D. P.; STEINHARDT, G. C.; CRUM, J. R.; NORTON, L. D. **Soil characterization in Indiana**: 1. Field and laboratory procedures. West Lafayette: Purdue University, 1977. 31 p. (Research Bulletin, 943).

DENSIDADE DE PARTÍCULAS

8.1 Princípio

Determinação do volume de álcool necessário para completar a capacidade de um balão volumétrico, contendo solo seco em estufa.

8.2 Procedimento

- Pesar 20 g de solo, colocar em lata de alumínio de massa conhecida, levar à estufa, deixar por 6 a 12 horas, dessecar e pesar, a fim de se obter a massa da amostra seca a 105°C.
- Transferir a amostra para balão aferido de 50 mL.
- Adicionar álcool etílico, agitando bem o balão para eliminar as bolhas de ar que se formam.
- Prosseguir com a operação, vagarosamente, até a ausência de bolhas e completar o volume do balão.
- Anotar o volume de álcool gasto.

8.3 Cálculo

$$Dp = \left(\frac{a}{50 - b} \right)$$

Dp = Densidade de partículas (kg dm⁻³)

a = massa da amostra seca a 105°C (kg)

b = volume de álcool gasto (m⁻³)

8.4 Reagente

Álcool etílico.

8.5 Equipamento

Estufa.

Bibliografia:

BRASIL. Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. Divisão de Pesquisa e Normas Técnicas. **Métodos de ensaio**. 4. ed. Rio de Janeiro, 1972. 206 p.

DONAHUE, R.L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

POROSIDADE TOTAL

9.1 Princípio

Determina o volume de poros totais do solo ocupado por água e/ou ar.

9.2 Cálculos

$$PT = \left(\frac{a-b}{a} \right) \times 100$$

PT = Porosidade total

a = densidade de partícula (kg dm^{-3})

b = densidade de solo (kg dm^{-3})

(2) Porosidade total = (microporosidade + macroporosidade)

(3) Porosidade total = Volume de saturação

Bibliografia:

DONAHUE, R.L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

FORSYTHE, W. **Física de suelos**: manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

OLIVEIRA, L. B. de.; DANTAS, H. S.; CAMPELO, A. B.; GALVÃO, S. J.; GOMES, I. F. Caracterização de adensamento no subsolo de uma área de Tabuleiro da Estação Experimental do Curado, Recife. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p. 207-214, 1968.

VOMOCIL, J. A. Porosity. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p. 299-314. (Agronomy, 9).

MICROPOROSIDADE

(Método Mesa de Tensão)

10.1 Princípio

Amostras saturadas são colocadas sob a mesa de tensão a qual retira a água dos macroporos (poros com $\varnothing \geq 0,05$ mm). Após pesagem, antes e depois de ir à estufa a 105°C, obtém-se o volume de macro e microporos contidos na amostra.

10.2 Procedimento

- Depois da mesa de tensão preparada, conforme descrito no item 6.2, colocar os cilindros contendo as amostras depois de saturadas e pesadas sobre o mata-borrão, cobrir com bandeja de plástico e abaixar o “frasco de nível” para o nível de sucção correspondente a 60 cm de altura de coluna d’água.
- Após 24 horas, retirar os cilindros dos seus respectivos lugares e pesar, repetindo a operação por mais tempo caso não se obtenha constância de pesada.
- Verificar se não houve quebra da coluna d’água.
- Em seguida retirar o pano e o elástico e colocar o cilindro em placa de Petri, pesar e transferir para a estufa.
- Após 24 e 48 horas, pesar e determinar a massa do bloco seco a 105°C.

10.3 Cálculo

$$Mip = \left(\frac{a - b}{c} \right)$$

Mip = Microporosidade (m³ m⁻³)

a = massa da amostra após ser submetida a uma tensão de 60 cm de coluna de água (kg)

b = massa da amostra seca a 105°C (kg)

c = volume do cilindro (m⁻³)

10.4 Equipamento

Mesa de tensão.

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela mesa de tensão em amostras de solo com estrutura indeformada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p.197-200, 1968.

OLIVEIRA, L.B. de.; PAULA, J.L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23 p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).

MACROPOROSIDADE

11.1 Princípio

Volume do solo que corresponde aos poros com $\varnothing \geq 0,05$ mm.

11.2 Cálculos

$$Map = Vs - Mip$$

Map = macroporosidade ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

Vs = Volume de saturação ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

Mip = Microporosidade ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

$$Map = Pt - Mip$$

Map = macroporosidade ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

PT = porosidade total ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

Mip = Microporosidade ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$)

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela mesa de tensão em amostras de solo com estrutura indeformada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p.197-200, 1968.

OLIVEIRA, L.B. de.; PAULA, J.L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo.** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23 p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

(Dispersão Total)

12.1 Método da pipeta

12.1.1 Princípio

Baseia-se na velocidade de queda das partículas que compõem o solo. Fixa-se o tempo para o deslocamento vertical na suspensão do solo com água, após a adição de um dispersante químico (soda ou calgon). Pipeta-se um volume da suspensão, para determinação da argila que seca em estufa é pesada. As frações grosseiras (areia fina e grossa) são separadas por tamisação, secas em estufa e pesadas para obtenção dos respectivos percentuais. O silte corresponde ao complemento dos percentuais para 100%. É obtido por diferença das outras frações em relação à amostra original.

12.1.2 Procedimento

12.1.2.1 Solos normais

- Colocar 20 g de solo em copo plástico de 250 mL. Adicionar 100 mL de água e 10 mL de solução normal de hidróxido de sódio, ou 10 mL de hexametáfosfato de sódio, tamponado com carbonato de sódio. Agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.
- Transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico “stirrer” com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300 mL. Colocar o copo no agitador e proceder à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos.
- Passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 mm (nº 270), colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000 mL ou um cilindro de sedimentação (Koettgen ou outro). Lavar o material retido na peneira com

água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias. Completar o volume do cilindro até o aferimento, com o auxílio de uma pisseta.

- Agitar a suspensão durante 20 segundos com um bastão, tendo este, na sua extremidade inferior, uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta. Marcar o tempo após concluir a agitação.

- Preparar a prova em branco, colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 mL contendo água. Completar o volume, agitar durante 20 segundos e marcar o tempo. Medir a temperatura da prova em branco e da amostra e verificar na Tabela 2 o tempo de sedimentação da fração argila para 5 cm de profundidade. Calculado o tempo, introduzir uma pipeta de 50 mL, colocada em pipetador automático de borracha, até a profundidade de 5 cm, e coletar a suspensão.

- Transferir para cápsula de porcelana, ou bécher numerado e de massa conhecida, juntamente com a porção proveniente da lavagem da pipeta. Repetir esta operação para a prova em branco. Colocar a cápsula na estufa e deixar durante uma noite ou até evaporar completamente a suspensão. Retirar, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,0001 g, concluindo, assim, a determinação da argila e do resíduo da prova em branco.

- Completar a lavagem da areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água de torneira. Transferir a fração areia para lata de alumínio numerada e de massa conhecida, eliminar o excesso de água e colocar na estufa. Após secagem (3 a 5 horas), deixar esfriar e pesar, com aproximação de 0,05 g, obtendo-se assim a massa da areia grossa + areia fina. Transferir essa fração para peneira de 20 cm de diâmetro e malha 0,2 mm (nº 70), colocada sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro, e proceder à separação da areia grossa.

- Transferir a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar.

- Colocar as duas frações de areia separadamente em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitadas).

12.1.2.2 Solos calcários

- Colocar 50 g de solo em cápsula de porcelana e adicionar solução

de ácido clorídrico a 10%, agitando a amostra com bastão de vidro.

- Suspende a adição do ácido quando já não se observar a efervescência, cobrir com vidro de relógio e deixar em repouso uma noite.
- Adicionar mais um pouco do ácido e verificar a ausência de efervescência.
- Transferir a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro.
- Lavar a amostra com água até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de cloretos pelo nitrato de prata.
- Colocar o papel de filtro com a amostra numa bandeja para secar ao ar.
- Homogeneizar a amostra e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.2.3 Solos calcários e com sais solúveis

Proceder da mesma forma indicada para solos calcários, aplicando o tratamento prévio na amostra segundo metodologia já descrita.

12.1.2.4 Solos salinos

Proceder da mesma forma indicada para solos normais, empregando-se o hexametáfosfato de sódio.

Observação:

No caso de a quantidade e a natureza dos sais prejudicarem a ação do dispersante, efetuar o tratamento prévio da amostra conforme indicado a seguir:

- colocar 50 g de solo em funil de vidro contendo papel de filtro e adicionar álcool etílico a 60%, só colocando nova quantidade depois de esgotada a anterior;

- continuar a lavagem até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de cloretos pelo nitrato de prata;

- colocar o papel de filtro com a amostra e deixar secar ao ar;

- homogeneizar a amostra e depois pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.2.5 Solos ricos em matéria orgânica (teor > 5%)

Empregar a mesma metodologia indicada para solos normais, com hidróxido de sódio na amostra depois de tratada com água oxigenada, segundo técnica descrita a seguir:

- Colocar 50 g de solo em cápsula de porcelana, adicionar um pouco de água e porções sucessivas de água oxigenada a 30 volumes (5 a 10 mL).
- Agitar com bastão de vidro e verificar a reação efervescente.
- Suspender a adição da água oxigenada, cobrir a cápsula com vidro de relógio e deixar em repouso durante uma noite.
- Repetir a operação até o total desaparecimento de reação.
- Colocar a cápsula para secar em estufa a 50°C – 60°C e depois adicionar uma última quantidade de água oxigenada (5 mL).
- Passar a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro e lavar várias vezes com água (3 a 5 vezes).
- Secar a amostra ao ar, homogeneizar e pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.3 Cálculo

Calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

$$T_{\text{arg}} = [(m_{\text{arg}} + m_d) - m_d] \times 1000$$

T_{arg} = teor de argila (g kg⁻¹)

m_{arg} = massa de argila (g)

m_d = massa de dispersante (g)

$$T_{af} = (m_{af}) \times 50$$

T_{af} = Teor de areia fina (g kg^{-1})

M_{af} = massa de areia fina (g)

$$T_{ag} = (m_{at} - m_{af}) \times 50$$

T_{ag} = Teor de areia grossa (g kg^{-1})

m_{af} = massa de areia fina (g)

m_{at} = massa de areia total (g)

$$T_s = 1000 - (T_{arg} + T_{af} + T_{ag})$$

T_s = teor de silte (g kg^{-1})

T_{arg} = teor de argila (g kg^{-1})

T_{af} = Teor de areia fina (g kg^{-1})

T_{ag} = Teor de areia grossa (g kg^{-1})

Calcular o tempo de sedimentação da argila (fração menor que 0,002 mm de diâmetro), em suspensão aquosa, para uma profundidade de 5 cm, a diversas temperaturas, de acordo com os dados constantes do quadro a seguir:

Temperatura °C	Tempo	Temperatura °C	Tempo
10	5 h 11'	23	3h 43'
11	5 h 03'	24	3h 38'
12	4 h 55'	25	3 h 33'
13	4 h 47'	26	3 h 28'
14	4 h 39'	27	3 h 24'
15	4 h 33'	28	3 h 19'
16	4 h 26'	29	3 h 15'
17	4 h 20'	30	3 h 10'
18	4 h 12'	31	3 h 07'
19	4 h 06'	32	3 h 03'
20	4 h 00'	33	2 h 58'
21	3 h 54'	34	2 h 55'
22	3 h 48'	35	2 h 52'

Observação:

Calculada pela Lei de Stokes, considerando a densidade de partícula (real) igual a 2,65.

12.1.4 Reagentes

Solução de NaOH 1 M - pesar 40 g do NaOH e dissolver em água destilada, completando o volume para 1 litro.

Solução de hexametáfosfato de sódio - pesar 35,7 g do hexametáfosfato ou calgon, dissolver em água contida em balão de 1 litro, adicionar 7,94 g do carbonato de sódio anidro e completar o volume.

Álcool a 60% - diluir 600 mL de álcool etílico 98° GL em água até completar 1 litro. Aferir a solução com um alcoômetro.

Água oxigenada a 30 volumes - obtida diretamente no comércio.

Solução de HCl a 10% - diluir 100 mL de HCl concentrado em água e completar o volume para 1 litro.

12.1.5 Equipamento

Stirrer.

Estufa.

Dessecador.

Bibliografia:

BERGOGLIO, H. Nota prévia sobre o efeito da destruição da matéria orgânica na análise mecânica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.68-69.

GROHMANN, F. A vibração ultrassônica na dispersão de latossolos argilosos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais...** Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.27-29.

GROHMANN, F.; RAIJ, B. van. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p.123-132.

KILMER, V. J.; ALEXANDER, L. T. Methods of making mechanical analysis of soils. **Soil Science**, Baltimore, v.68, p. 15-24, 1949.

MEDINA, H .P.; GROHMANN, F. Contribuição ao estudo de análise granulométrica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 6., 1957, Salvador. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1962. p. 29-38.

OLIVEIRA L.B. de. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste. Solos normais, calcários com sais solúveis e salinos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 1, p. 7-15, 1966.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160p. (USDA Agriculture Handbook, 60).

TYNER, E.H. The use of sodium metaphosphate for mechanical analysis of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 4, p. 106-113, 1963.

12.2 Método do densímetro

12.2.1 Princípio

Baseia-se na sedimentação das partículas que compõem o solo. Após a adição de um dispersante químico, fixa-se um tempo único para a determinação da densidade da suspensão que admite-se ser a concentração total de argila. As frações grosseiras (areias fina e grossa) são separadas por tamisação e pesadas. O silte é obtido por diferença.

12.2.2 Procedimento

- Colocar 50 g de solo em copo plástico. Adicionar 100 mL de água e 25 mL de solução de hidróxido de sódio 1 M ou 25 mL de solução de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio. Agitar com bastão e deixar o copo coberto em repouso durante a noite.
- Transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico com o auxílio de um jato de água, deixando o volume a ± 300 mL. Colocar o copo no agitador e proceder a agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos.
- Passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 mm, colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000 mL ou um cilindro de sedimentação. Lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias. Completar o volume da proveta até o aferimento.
- Agitar a suspensão durante 20 segundos com um bastão, tendo na sua extremidade inferior uma tampa de borracha contendo vários orifícios e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta. Marcar o tempo após concluir a agitação.
- Para a prova em branco, colocar o dispersante utilizado em proveta de 1 L no cilindro com água, completar o volume, agitar durante 20 segundos e marcar o tempo. Após 90 minutos de sedimentação, transferir o volume da suspensão (primeiros centímetros abaixo do traço do aferimento) para copo plástico de 300 mL. Pode ser feito por sifonamento, pela torneira do cilindro de Koettgen ou pelo tubo plástico do cilindro de sedimentação.
- Passar o conteúdo para proveta de 250 mL e agitar. Introduzir o densímetro e efetuar a leitura com aproximação de 0,25. Se houver

dificuldade na leitura do densímetro, colocar 2 a 3 gotas de fenolftaleína junto à haste deste. Proceder à leitura da prova em branco e anotar.

- Lavar a areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água. Transferir a fração areia para a lata de alumínio numerada e de massa conhecida, eliminar o excesso de água e colocar na estufa. Após secagem (3 a 5 horas), esfriar e pesar com aproximação de 0,05 g, obtendo-se assim a massa da areia grossa + areia fina. Passar essa fração para peneira de 13 cm de diâmetro e malha de 0,2 mm (nº 70), sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro e separar a areia grossa.

- Passar a areia fina para a mesma lata usada anteriormente e pesar.

- Colocar as duas frações de areia, separadas, em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitada).

12.2.3 Cálculo

Calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

$$T_{\text{arg}} = (L_d \pm L_{Br}) \times 20$$

T_{arg} = teor de argila (g kg^{-1})

L_d = Leitura do densímetro

L_{Br} = leitura da prova em branco

$$T_{af} = (a_f) \times 20$$

T_{af} = Teor de areia fina (g kg^{-1})

a_f = areia fina (g)

$$T_{ag} = (a_t - a_f) \times 20$$

T_{ag} = Teor de areia grossa (g kg⁻¹)

a_f = areia fina (g)

a_t = areia total

$$T_s = 1000 - (T_{arg} + T_{af} + T_{ag})$$

T_s = teor de silte (g kg⁻¹)

T_{arg} = teor de argila (g kg⁻¹)

T_{af} = Teor de areia fina (g kg⁻¹)

T_{ag} = Teor de areia grossa (g kg⁻¹)

Observação:

Esse método é indicado para solos que não apresentem problemas de dispersão com NaOH.

12.2.4 Reagentes

Hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹ - pesar 40 g de NaOH e dissolver em água completando a 1 L.

Fenolftaleína - pesar 1 g de fenolftaleína e dissolver em 100 mL de álcool etílico.

12.2.5 Equipamento

Stirrer.

Densímetro.

Estufa.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

FORSYTHE, W. **Física de suelos**: manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L.; PIERANTONI, H. **Análise granulométrica**: novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1968. 8 p. (Boletim Técnico, 3).

ARGILA DISPERSA EM ÁGUA

13.1 Princípio

O material em suspensão confere determinada densidade ao líquido. Decorrido o período para a coleta do material, se não tiver nenhuma partícula coloidal em suspensão, a argila estará 100% floculada.

13.2 Procedimento

- Colocar 50 g de solo em copo plástico de 250 mL.
- Adicionar 125 mL de água, agitar com bastão de vidro, deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.
- Transferir o conteúdo para o copo metálico do agitador, proceder à agitação, passar o material através da peneira de 0,053 mm, lavar as areias, completar o volume para 1.000 mL, agitar a suspensão por 20 segundos, sifonar a suspensão após 90 minutos e efetuar a leitura do densímetro.
- Paralelamente, efetuar uma prova em branco e fazer a leitura do densímetro.
- Abandonar as areias.

13.3 Cálculo

$$TA = (a + b) \times 20$$

TA = teor de argila (g kg⁻¹)

a = leitura da amostra

b = leitura da prova em branco

13.4 Equipamento

Stirrer.

Densímetro.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L.; PIERANTONI, H. **Análise granulométrica**: novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1968. 8 p. (Boletim Técnico, 3).

GRAU DE FLOCULAÇÃO

14.1 Princípio

Relação entre a argila naturalmente dispersa e a argila total, obtida após dispersão. Indica a proporção da fração argila que se encontra floculada, informando sobre o grau de estabilidade dos agregados.

14.2 Cálculo

$$GF = \left(\frac{a - b}{a} \right) \times 100$$

GF = grau de floculação

a = argila total (%)

b = argila dispersa em água (%)

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

RELAÇÃO SILTE/ARGILA

15.1 Princípio

Obtida da determinação da análise granulométrica. É utilizada como indicativo do grau de intemperismo do solo e permite também avaliar se há movimentação de argila no perfil.

15.2 Cálculo

Calcular essa relação em função dos valores da argila total e do silte.

$$RS / A = \frac{T_s}{T_{arg}}$$

RS/A = relação silte/argila

T_s = Teor de silte

T_{arg} = Teor de argila

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA

16.1 Princípio

Velocidade com que a água se movimenta através do solo. Amostras saturadas são colocadas em permeâmetro de carga constante, e a medida quantitativa da condutividade hidráulica é obtida através da aplicação da equação de Darcy após 7 - 8 horas, ou quando os valores atingem a estabilidade.

16.2 Procedimento

- Cortar o bloco de solo contido em cilindro de alumínio ou PVC rente a borda do cilindro, com espátula. Colocar na extremidade inferior do cilindro um pedaço de tecido tipo morim retido por liga de borracha. Colocar na parte superior do cilindro um outro de igual diâmetro e espessura de 2 cm de altura, ajustar e fixar com fita adesiva impermeável.
- Colocar o conjunto em cuba com água até a saturação do solo. Transferir o conjunto para o suporte do permeâmetro (ver Figura 1). O percolado é coletado em copos de 500 mL.
- Colocados os cilindros sobre as telas, nivelar o tubo do reservatório, de modo que a parte inferior fique em nível com a boca do anel, para manter a carga hidráulica de 2 cm de altura.
- Com o auxílio de uma pisseta, colocar água cuidadosamente.
- No primeiro cilindro, retirar a rolha, evitando entrada de ar no sistema.
- Observar e anotar o momento do início da percolação de cada cilindro.
- Medir com proveta o volume percolado após 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8 horas.

16.3 Cálculo

$$K = \left(\frac{Q \times L}{A \times H \times t} \right)$$

K = condutividade hidráulica em cm/h

Q = volume do percolado em mL, ou seja, o valor da última leitura quando não há variação entre os valores anteriores, ou a média das duas leituras quando há alguma variação.

L = altura do bloco do solo em cm

H = altura do bloco do solo e da coluna em cm

A = área do cilindro em cm²

t = tempo em horas

16.4 Equipamento

Permeâmetro (Figura 1).

Cilindro.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

FERNANDES, B.; GALLOWAY, H.M.; BRONSON, R.D.; MANNERING, J.V. Condutividade hidráulica do solo saturado em três sistemas de manejo. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 30, n. 169, p. 232-241, 1983.

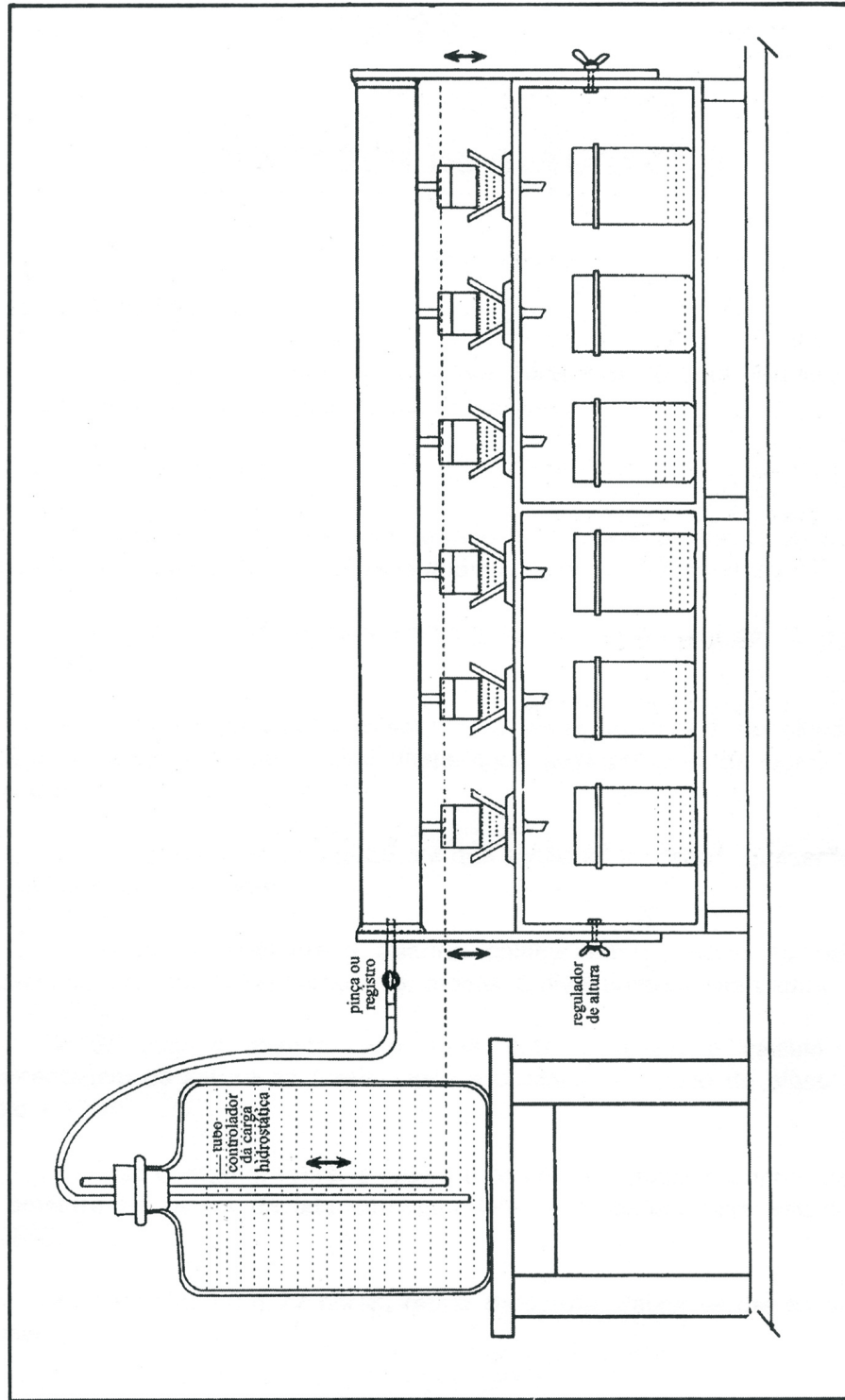


Figura 1 Diagrama do permeômetro de carga constante

VOLUME DE SATURAÇÃO

17.1 Princípio

Quantidade máxima de água que pode reter o solo, ou seja, a razão entre o volume de água e o espaço poroso.

17.2 Procedimento

- Preparar o bloco de solo contido no cilindro, nivelando as duas superfícies e colocando, na sua parte inferior, gaze presa com elástico.
- Colocar o cilindro com amostra em tampa de lata de alumínio numerada.
- Transferir para cuba plástica com altura superior a do cilindro, adicionar água, até que o nível desta fique bem próximo da borda do cilindro.
- Deixar durante a noite ou até que todas as amostras apresentem a sua superfície brilhante.
- Retirar rapidamente o cilindro, colocar na respectiva tampa e pesar. Ao lidar com várias amostras, manter o nível anterior, com água.
- Se usar a amostra para mais determinações, o cálculo da percentagem de saturação é feito após a obtenção da massa do bloco do solo a 105°C.
- Caso contrário, retirar a gaze e a borracha, colocar o cilindro com a amostra na tampa da lata correspondente e transferir para estufa a 105°C.
- Após 24, 48 e 72 horas, retirar da estufa, deixar esfriar ao ar e pesar.

17.3 Cálculo

$$VS = \left(\frac{a - b}{c} \right)$$

VS = Volume de saturação (m³ m⁻³)

a = massa do bloco de solo saturado (kg)

b = massa do bloco seco a 105°C (kg)

c = volume do cilindro (m³)

17.4 Equipamento

Cilindro de alumínio ou de PVC.

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

OLIVEIRA L.B. de. **Coeficiente de permeabilidade de dois tipos de solo (aluvial) da Estação Experimental do Curado**. Recife: Instituto Agrônômico do Nordeste, 1961. 32 p. (IAN. Boletim Técnico, 16).

UHLAND, R.E. Physical properties of soils as modified by crops and management. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 14, p. 361-366, 1949.

PERCENTAGEM DE AGREGADOS

18.1 Método por via úmida

18.1.1 Princípio

Medir a quantidade e distribuição do tamanho dos agregados que são estáveis em água, relacionando-os com os que não desintegram pela tamisação.

18.1.2 Procedimento

- Coletar uma amostra representativa do solo nas condições de campo e deixar secar ao ar. Destorroar com as mãos cuidadosamente, quebrando os agregados maiores.
- Passar a amostra em peneira de 20 cm de diâmetro com abertura de malha de 4 mm e reter na de 2 mm. Homogeneizar bem, pesar 50 gramas em triplicata e armazenar o restante.
- Colocar a primeira amostra em lata de alumínio de massa conhecida, levar para a estufa a 105°C por uma noite, esfriar em dessecador e pesar. A massa dessa amostra seca a 105°C será utilizada para o cálculo do teor de agregados.
- Colocar as outras duas amostras na parte superior de um conjunto de peneiras de 13 cm de diâmetro, uma em cada jogo, sobre disco de papel de filtro na seguinte ordem: 2 mm; 1 mm; 0,50 mm e 0,25 mm de abertura de malha.
- Ajustar o nível da água no recipiente, de modo que os agregados contidos na peneira superior sejam umedecidos por capilaridade. Deixar por 4 minutos, inclinar o papel de filtro e por meio de jatos de água deixar os agregados na peneira sem que os jatos os atinjam.
- Ligar o aparelho de oscilação vertical graduado para uma amplitude de 4 cm de altura e uma frequência de 32 oscilações por minuto.

- Agitar durante 4 minutos, retirar os suportes contendo os jogos de peneiras e transferir cada fração retida para latas de alumínio numeradas e de massa conhecida, com água.
- Eliminar o excesso de água e colocar em estufa a 105°C por uma noite. Retirar da estufa, esfriar em dessecador e pesar cada fração.

18.1.3 Cálculo

Calcular o teor de agregados retidos em cada peneira, expresso na seguinte ordem: 4 - 2 mm; 2 - 1 mm; 1 - 0,50 mm; 0,50 - 0,25 mm, pela expressão:

$$TA = \left(\frac{a}{b} \right) \times 1000$$

TA = Teor de agregados < 0,25 mm (g kg⁻¹)

a = massa do agregado a 105°C (g)

b = massa da amostra seca a 105°C (g)

$$TA_{< 0,25 mm} = 1000 - STA$$

$TA_{< 0,25 mm}$ = Teor de agregados < 0,25 mm (g kg⁻¹)

STA = soma dos teores de agregados

18.1.4 Equipamento

Aparelho de oscilação vertical.

Estufa.

Bibliografia

PAULA, J. L. de. **Estabilidade de agregados em solos salinos e sódicos do Estado do Ceará**. 1981. 55 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

PAULA, J. L. de; COELHO, M. A. Método para determinação da estabilidade de agregados em solos sódicos e salino-sódicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 6, n. 3, p.155-160, 1982.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23 p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).

18.2 Método por via seca

18.2.1 Princípio

Mede a quantidade e distribuição dos agregados estáveis à agitação mecânica a seco. O jogo de peneiras é submetido a movimentos rotatórios com vibração e, se a estabilidade é total, não passará nenhuma partícula para as peneiras inferiores.

18.2.2 Procedimento

- Pesar 100 g da amostra preparada (seca ao ar e passadas em peneira de 4 mm de malha e retida na de 2 mm).
- Colocar na parte superior de um jogo de peneiras de 2,00; 1,00; 0,50 e 0,25 mm de malha e de 20 cm de diâmetro.
- Ligar o agitador e deixar por 15 minutos.
- Retirar o conjunto e transferir os agregados retidos em cada peneira para latas de alumínio numeradas e de massa conhecida
- Colocar na estufa e determinar a massa a 105°C.
- Em outra amostra de 100 g determinar sua massa a 105°C para utilização no cálculo do teor de agregados.

18.2.3 Cálculo

$$TA = \left(\frac{a}{b} \right) \times 1000$$

TA = Teor de agregados (g kg^{-1})

a = massa dos agregados secos a 105°C (g)

b = massa da amostra seca a 105°C (g)

18.2.4 Equipamento

Peneiras.

Agitador mecânico.

Estufa.

Balança.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Notas de aulas**: curso pós-graduação em biodinâmica e produtividade do solo. Santa Maria: UFSM, 1973. Mimeografado.

LIMITE DE LIQUIDEZ

19.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo referente à mudança do estado líquido para o estado plástico, utilizando-se a energia de resistência ao cisalhamento.

19.2 Procedimento

- Colocar aproximadamente 100 g de solo em cápsula de porcelana.
- Adicionar água, e com a espátula formar uma massa homogênea.
- Espalhar ± 30 mL desta massa na cápsula metálica do aparelho de Casagrande, de modo que a parte central tenha 1 cm de espessura.
- Cortar a massa de solo na sua parte central com o cortador próprio do aparelho, à semelhança da figura 2.
- Girar a manivela do aparelho numa velocidade constante de 2 rotações por segundo. Anotar o número de pancadas quando a ranhura central se fechar à espessura de 1 cm.
- Misturar bem a massa de solo contida na cápsula metálica e repetir a operação anterior. Se o número de pancadas for > 18 e < 32 , pode-se retirar a amostra e calcular o teor de umidade.
- Coletar uma pequena amostra, de preferência próxima da ranhura, colocar em lata de alumínio, pesar, colocar em estufa e determinar a percentagem de umidade retida.
- Para cada determinação, em número de 3 a 5, registrar o número de pancadas correspondentes e o teor de umidade expresso em percentagem de solo seco a 105°C.
- O limite de liquidez é representado pelo valor da percentagem de umidade retida pela amostra, correspondente a 25 pancadas.

Observação:

No caso de não se conseguir obter a condição estipulada pelo método para as 25 pancadas, empregam-se equações que dão esse valor em função de um número de pancadas compreendido entre certos limites; o American Society for Testing Materials, citado por Sowers, emprega a seguinte equação:

$$LL = W_N \times \left(\frac{N}{25} \right)^{0,12}$$

LL = limite de liquidez

W_N = percentagem de umidade correspondente a N pancadas

N = o número de pancadas da determinação

A Tabela 1 apresenta o cálculo do fator de correção para 25 pancadas, calculadas em função da equação já referida.

TABELA 1. Valores de $(N/25)^{0,12}$ correspondentes ao número de pancadas para determinação do limite de liquidez.

N	$(N/25)^{0,12}$	N	$(N/25)^{0,12}$
18	0,961	26	1,005
20	0,974	28	1,014
22	0,985	30	1,022
24	0,995	32	1,030
25	1,000	-	-

19.3 Cálculo

$$Umidade = \left(\frac{a-b}{b} \right) \times 1000$$

Umidade = $\frac{\text{Umidade}}{\text{Umidade}} (\text{kg.kg}^{-1})$

a = massa da amostra úmida (g)

b = massa da amostra seca a 105°C (g)

19.4 Equipamento

Aparelho de Casagrande (Figura 2).

Cinzel curvo.

Cinzel chato.

Latas de alumínio de 5 cm de diâmetro com tampa.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Estufa.

Bibliografia:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras.** Rio de Janeiro, 1948. 378 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

FORSYTHE, W. **Física de suelos:** manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

GOMES, A.S.; CABEDA, M. S. V. Consistência de solos argilosos-escuros do Rio Grande do Sul e sua importância agronômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.31-34.

PINTO, S.; OLIVEIRA, O. V. de. **Método rápido para a determinação do limite de liquidez ajustado a solos brasileiros.** Rio de Janeiro: IPF, 1975. 16 p. (Publicação, 165).

SOWERS, G.F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).

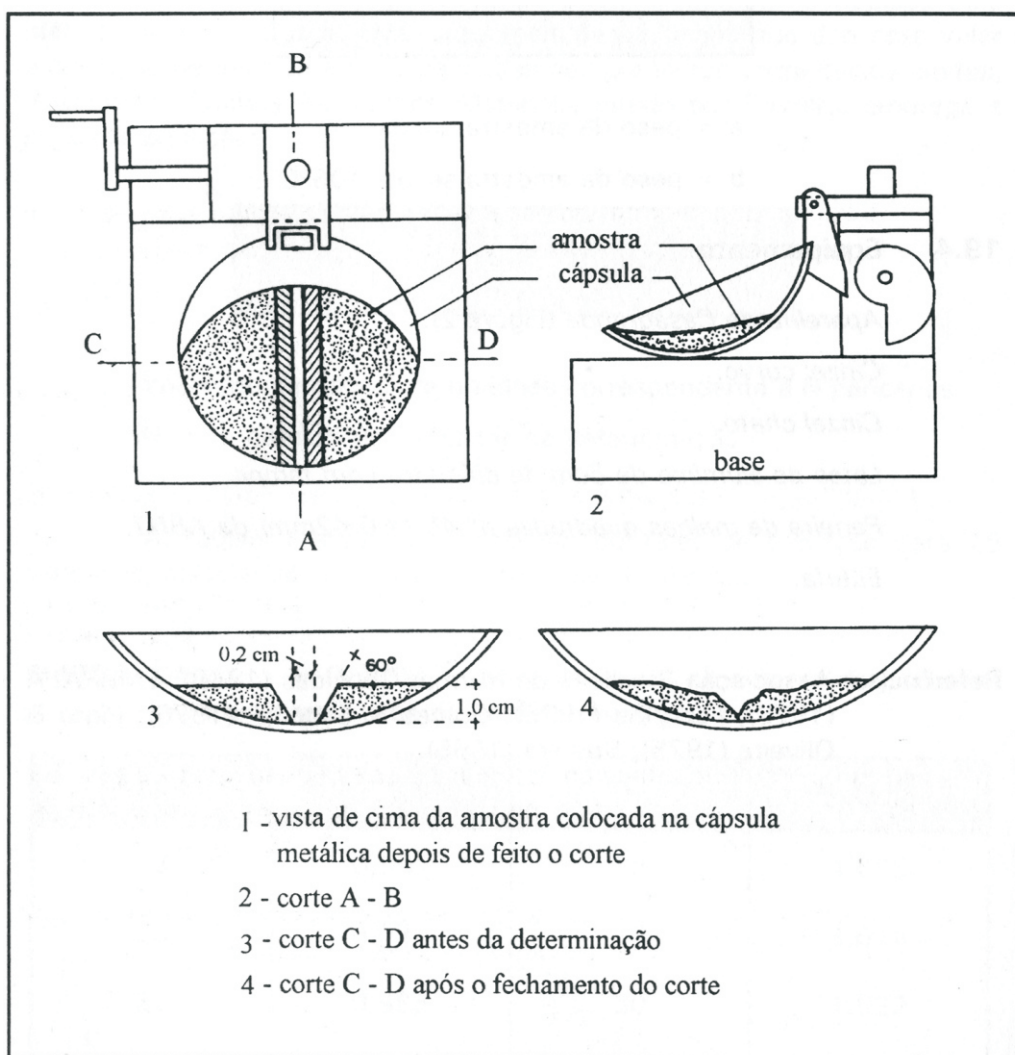


Figura 2 Aparelho de Casagrande

LIMITE E ÍNDICE DE PLASTICIDADE

20.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo referente à mudança do estado plástico para o estado semi-sólido através de ensaio mecânico.

20.2 Procedimento

- Retirar aproximadamente 10 a 15 g da massa de solo proveniente da determinação do limite de liquidez e formar uma bola.
- Comprimir essa bola sobre placa de vidro com o auxílio dos dedos, até formar um bastão cilíndrico de 3 a 4 mm de diâmetro.
- Repetir essa operação 3 ou mais vezes, adicionando água na massa de solo, de modo que o bastão formado comece a se quebrar quando atingir o diâmetro de 3 a 4 milímetros; como termo de comparação, pode-se usar um bastão de vidro com este diâmetro.
- Atingindo essa condição, colocar os bastões em latas de alumínio numeradas, pesar e determinar a percentagem de umidade pelo método usual; as pesadas devem ser feitas com aproximação de 0,01 g.
- O limite de plasticidade é representado pela média dos valores das percentagens de umidade das 3 ou mais determinações.

20.3 Cálculo

$$\text{Índice de plasticidade} = \text{Limite de liquidez} - \text{Limite de plasticidade}$$

20.4 Equipamento

Latas de alumínio de 5 cm de diâmetro com tampa.

Estufa.

Placa de vidro esmerilhada 30 x 30 cm.

Bastão metálico inoxidável de 3 mm x 10 cm.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Bibliografia:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras.** Rio de Janeiro, 1948. 378 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

FORSYTHE, W. **Física de suelos:** manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

GOMES, A.S.; CABEDA, M. S. V. Consistência de solos argilosos-escuros do Rio Grande do Sul e sua importância agronômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.31-34.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Notas de aulas:** curso pós-graduação em biodinâmica e produtividade do solo. Santa Maria: UFSM, 1973. Mimeografado.

SOWERS, G. F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).

LIMITE DE PEGAJOSIDADE

21.1 Princípio

Teor de umidade de um solo no momento em que a pasta saturada com água apresenta aderência máxima a uma superfície estranha, indicando que o solo se encontra no estado plástico.

21.2 Procedimento

- Colocar em cápsula de porcelana uma parte da massa de solo proveniente da determinação do limite de liquidez, ou pesar 50 a 100 g de solo.
- Adicionar água pouco a pouco e, com o auxílio de espátula, formar uma massa uniforme.
- Com a espátula limpa e bem seca comprimir a sua face sobre a massa de solo, para testar a aderência.
- Se essa aderência não for conseguida, repetir a operação, adicionando mais água até que se note esse efeito.
- Uma vez atingido esse ponto, retirar uma pequena porção da massa de solo, colocar em lata de alumínio numerada, pesar e determinar o teor de umidade pela forma usual.
- Repetir esta operação 3 vezes ou mais.
- A determinação é considerada concluída quando os valores dos teores de umidade obtidos não difiram de 2%.
- O limite de pegajosidade é representado pela média das 3 ou mais determinações.

21.3 Equipamento

Espátula de aço inoxidável.

Estufa.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Latas de alumínio de 5 cm de diâmetro com tampa.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

FORSYTHE, W. **Física de suelos**: manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Notas de aulas**: curso pós-graduação em biodinâmica e produtividade do solo. Santa Maria: UFSM, 1973. Mimeografado.

SOWERS, G. F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).

LIMITE DE CONTRAÇÃO (LC)

(Método do Mercúrio Metálico)

22.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo saturado com água, no instante em que esse solo parar de contrair-se, não obstante continue perdendo água.

22.2 Procedimento

- Pesar aproximadamente 50 g da amostra passada em peneira de 0,42 mm de malha (nº 40) e colocar em cápsula de porcelana de 100 mL, ou utilizar a massa de solo proveniente da determinação do limite de liquidez.
- Adicionar água devagar, misturar bem a amostra até conseguir uma pasta homogênea saturada, fluída, sem apresentar inclusões de bolhas de ar.
- Determinar, previamente, o volume da cápsula metálica enchendo-a de mercúrio. Nivelar bem com placa de vidro contendo 3 pinos. Retirar a placa e medir o volume de mercúrio utilizado para encher a cápsula (Figura 3).
- Lubrificar as paredes da cápsula de contração com vaselina e adicionar a pasta saturada (1/3 do volume de cada vez). Bater várias vezes sobre uma superfície firme, coberta com lâmina de borracha ou papelão, de modo que a pasta se espalhe uniformemente e todo o ar seja eliminado. Completar a operação deixando a superfície da pasta plana.
- Colocar a cápsula para secar ao ar durante algumas horas até a pasta mudar de cor e transferir para estufa a 105°C, por uma noite.
- Retirar da estufa, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,01 g.
- Determinar o volume da pastilha seca conforme segue: colocar a

cuba de vidro dentro de uma cápsula de porcelana, enchendo-a completamente de mercúrio (Figura 3). Mergulhar a pastilha na cuba e, com a ajuda da placa de vidro de 3 pinos, nivelar o mercúrio. Medir em proveta de 25 mL o mercúrio que foi deslocado e retido na cápsula de porcelana. Anotar o volume da pastilha seca.

22.3 Cálculo

$$LC = \left[\left(\frac{a}{b} \times \rho_a \right) - \frac{1}{c} \right] \times 1000$$

LC = limite de contração

a = volume da pastilha seca (cm³)

ρ_a = densidade da água (g cm⁻³), à temperatura do ensaio

b = massa da pastilha seca (g)

c = densidade de partícula da amostra (ver método 8) (g cm⁻³)

22.4 Equipamento

Cápsulas metálicas específicas (cápsulas de contração) (Figura 3).

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Estufa com capacidade para 105°C.

Cuba de vidro para ensaio de contração.

Placa de vidro com três pinos para ensaio de contração.

Mercúrio metálico.

Bibliografia:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras.** Rio de Janeiro, 1948. 378 p.

BRASIL. Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. Divisão de Pesquisa e Normas Técnicas. **Métodos de ensaio.** 4. ed. Rio de Janeiro, 1972. 206 p.

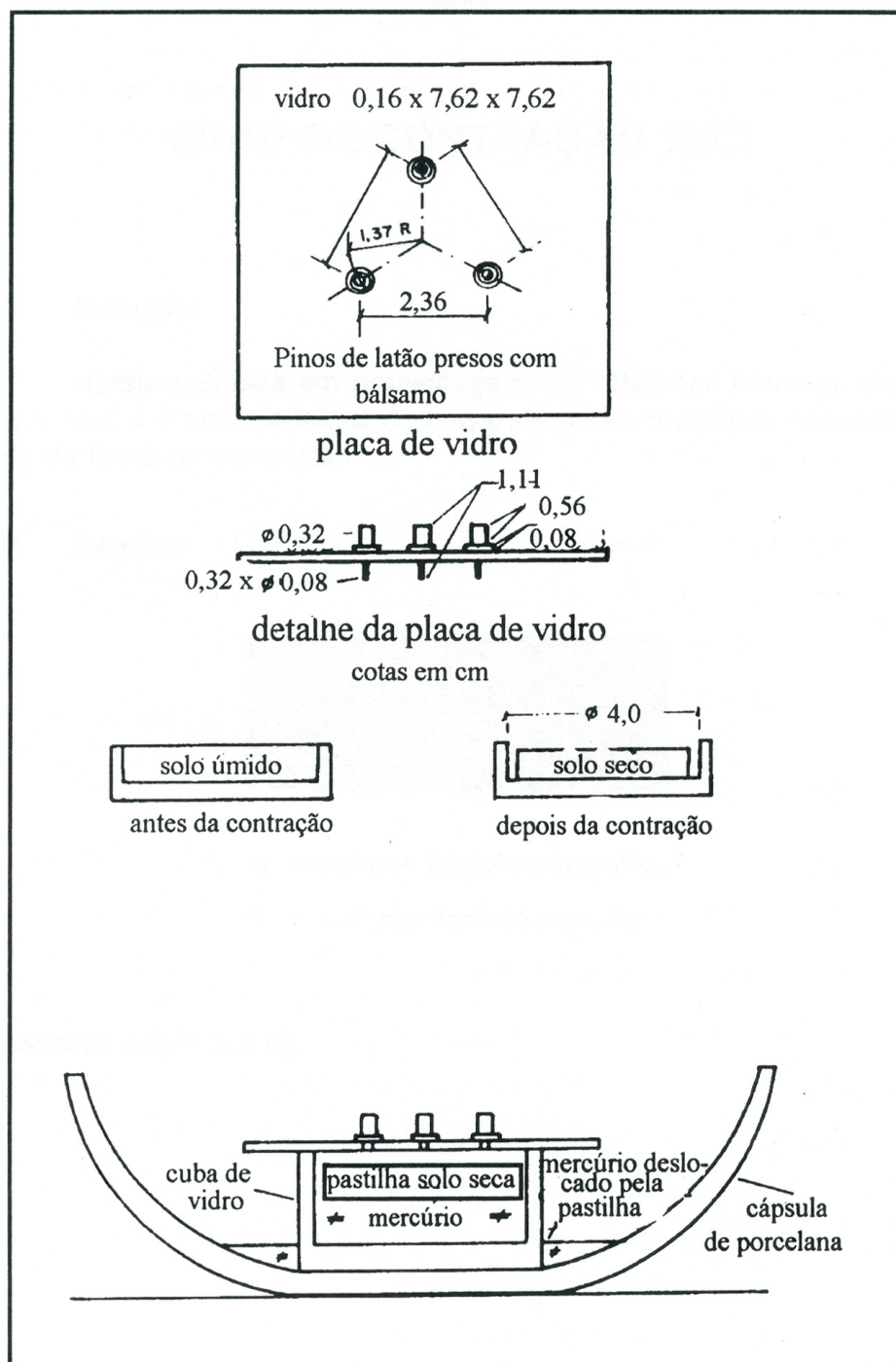


Figura 3 Cápsula de contração

GRAU DE CONTRAÇÃO (GC)

23.1 Princípio

Razão expressa em percentagem, da diferença entre os volumes inicial e final e o volume inicial do corpo de prova (pastilha), resultante do ensaio do limite de contração.

23.2 Cálculo

$$GC = \left(\frac{a - b}{A} \right) \times 100$$

GC = grau de contração

a = volume inicial da pastilha (cm³)

b = volume final da pastilha (cm³)

A = volume inicial da pastilha (cm³)

Bibliografia:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras.** Rio de Janeiro, 1948. 378 p.

SUPERFÍCIE ESPECÍFICA

(Método Simplificado)

24.1 Princípio

Baseia-se na retenção de líquidos polares. A quantidade de éter monoetílico do etileno glicol (EMEG), que está sendo evaporado, diminui quando não mais existe EMEG livre e somente resta aquele adsorvido, formando uma camada monomolecular. A quantidade de EMEG existente neste momento é proporcional à superfície do sólido. Nestas condições, a cada 0,000286 g de EMEG corresponde uma camada monomolecular de um metro quadrado de argila.

24.2 Procedimento

- Pesar 0,8 a 1 g de solo passado em peneira de 60 mesh. Colocar em lata de alumínio de massa conhecida com aproximação de 0,0001 g ou pesa-filtro com tampa esmerilhada.
- Espalhar a amostra, uniformemente, no fundo da lata ou pesa-filtro e deixar secar em estufa a 105°C durante uma noite.
- Retirar a lata ou pesa-filtro da estufa, fechar rapidamente, colocar em dessecador contendo cloreto de cálcio. Deixar esfriar e pesar em balança de precisão com aproximação de 0,0001 g.
- Transferir a lata ou pesa-filtro para dessecador de 25 cm de diâmetro e adicionar à amostra 1,2 mL de EMEG. Deixar equilibrar por 15 minutos.
- Em capela, ligar a mangueira de vácuo com “trapp” no tubo do dissecador e abrir a torneira deste, aplicando a sucção durante 45 minutos. Deixar o dessecador à temperatura ambiente durante 6 horas.
- Após esse tempo, o vácuo retido é desfeito, tomando-se a precaução de sempre utilizar o “trapp” para esta operação, a fim de proporcionar a entrada de ar isento de umidade no dessecador (não é necessário pesar as amostras).

- Restabelecer o vácuo por mais 45 minutos, deixando em repouso durante 6 horas ou por uma noite.
- Após esse intervalo, o vácuo retido é novamente desfeito, retirar a lata ou pesa-filtro, colocar a tampa e pesar a amostra o mais rapidamente possível, em balança de precisão com aproximação de 0,0001 g.
- Recolocar a lata no dessecador e repetir as operações já descritas até que se atinja uma constância de peso, ou seja, quando a diferença entre duas pesagens de uma amostra não é superior a 0,2 mg.

24.3 Cálculo

A superfície específica total (St) do solo é obtida pela seguinte expressão:

$$St = \frac{a}{(0,000286 \times b)}$$

St = superfície específica total ($m^2 g^{-1}$)

a = massa do EMEG retido pela amostra (g)

b = massa da amostra seca em estufa a $105^\circ C$ (g)

24.4 Reagentes

Éter monoetílico do etileno glicol (EMEG).

Cloreto de cálcio.

24.5 Equipamento

Bomba de vácuo.

Estufa.

Trapp.

Dessecador.

Bibliografia:

CHIHACEK, L. J.; BREMNER, J. M. A simplified ethylene glycol monoethyl ether procedure for assessment of soil surface area. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 43, n. 4, p.821-822, 1979.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

HEILMAN, M. F.; CARTER, D. L.; GONZALEZ, C. L. The ethylene glycol monoethyl ether (EGME) technique for determining soil surface area. **Soil Science**, Baltimore, v. 100, p.409-413, 1965.

SEPARAÇÃO DE ARGILA E SILTE PARA ANÁLISES DE RAIOS X

25.1 Princípio

Velocidade de queda de partículas em meio viscoso sob ação da gravidade a uma dada densidade. As partículas grosseiras (areias) são separadas por tamização, enquanto argila e silte por tempo de sedimentação.

25.2 Procedimento

- Pesar 50 g de solo e colocar em coqueteleira. Adicionar 300 mL de água e 20 mL de solução de NaOH 1 mol L⁻¹ ou 20 mL de Calgon.
- Colocar a coqueteleira no agitador elétrico de alta rotação (stirrer), por 5 minutos. Deixar em repouso por uma noite. Agitar por 10 minutos.
- Passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 mm. Lavar o material retido na peneira com água e completar o volume da proveta até o traço de aferimento.
- Agitar a suspensão durante 20 segundos, movimentando verticalmente um bastão, tendo na sua extremidade inferior um disco de acrílico de 5 cm de diâmetro, contendo vários orifícios.
- Decorridas 24 horas, introduzir na proveta, a uma profundidade fixa de 20 cm a partir do traço de referência, um tubo plástico de pequeno diâmetro, cheio de água, e sifonar a argila para cápsula de porcelana.
- Colocar a cápsula em estufa calibrada a 45°C, onde se processará a concentração da argila, em estado pastoso, ou secagem final.
- Descartar o resto da argila que ficou em suspensão na proveta e iniciar a operação de purificação do silte retido na proveta, lavando com água.

- Completar o volume a 1 litro, agitar e descartar a suspensão coloidal, após 45 minutos, até que, num intervalo de 20 minutos, todo o silte decante e não permaneça nenhum vestígio de argila na proveta.
- Transferir o silte para cápsula de porcelana, através de jatos de água, descartar o excesso de água e colocar para secar em estufa a 45°C.

25.3 Reagentes

Solução de NaOH 1 mol L⁻¹ - pesar 40 g de NaOH, dissolver em água e elevar a 1 L.

Solução de hexametáfosfato de sódio - dissolver 35,7 g do hexametáfosfato em água, adicionar 7,94 g do carbonato de sódio anidro e elevar a 1 L.

Bibliografia:

ANTUNES, F. dos S.; BARRETO, W. de O. **Contribuição ao estudo químico e mineralógico das frações silte e argila de Latossolos desenvolvidos de rochas básicas do sul de Mato Grosso**. Rio de Janeiro: IME, 1982. 13 p.

ANTUNES, F. dos S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (ki) dos solos**. Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos **anual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1 v.

COEFICIENTE DE EXTENSIBILIDADE LINEAR (COLE)

26.1 Princípio

Determinar a taxa de expansão e contração do solo, através de uma amostra natural pelo método da resina SARAN.

26.2 Procedimento

- Amarrar uma alça fina de arame etiquetada em um torrão natural de 5 a 8 cm de diâmetro. Mergulhar rapidamente o torrão em resina SARAN 1:4 e deixar secar por 10 a 30 minutos.
- Repetir esta operação em resina SARAN 1:7 e deixar secar.
- Cortar uma pequena fatia na parte inferior do torrão e abrir pequena janela na camada de SARAN no topo do mesmo. Colocar na face cortada um pedaço de tecido tipo morim, retido por um elástico.
- Colocar para saturar por capilaridade em uma cuba com água por 48 horas ou mais até que seja visto um espelhamento na superfície do torrão pela janela aberta.
- Após a saturação, colocar na “panela de pressão” em placa de cerâmica de 1 bar saturada e aplicar a tensão de 1/3 de bar. Atingido o equilíbrio, retirar o torrão da “panela”, impermeabilizar a face cortada (nua) com SARAN, obliterar a janela aberta com auxílio de um bastão de vidro embebido em solução de SARAN e pesar. Obtemos, assim, a massa do torrão úmido a 1/3 de bar.
- Colocar o torrão no suporte do prato da balança e mergulhar num bécher com água. Obtém-se a massa do torrão úmido a 1/3 de bar mergulhado em água.
- Retirar o torrão do suporte do prato da balança e colocar em estufa a 105°C por uma noite. Retirar da estufa, esfriar em dessecador e pesar.

- Colocar novamente o torrão no suporte do prato da balança e proceder da mesma maneira como no item anterior. Assim, tem-se a massa do torrão impermeabilizado seco a 105°C, mergulhado em água.

26.3 Cálculos

$$V_u = (a - b)$$

V_u = volume do torrão úmido a 33 kPa (cm³)

a = massa do torrão úmido ao ar (g)

b = massa do torrão úmido mergulhado em água (g)

$$V_s = (a - b)$$

V_s = volume do torrão seco a 105°C (cm³)

a = massa do torrão seco a 105°C (g)

b = massa do torrão seco a 105°C mergulhado em água (g)

$$COLE = \left[\frac{V_s}{V_u} \right]^{1/3} - 1$$

V_u = volume do torrão úmido a 33 kPa (cm³)

V_s = volume do torrão seco a 105°C (cm³)

ou

$$COLE = \left[\frac{D_s}{D_u} \right]^{1/3} - 1$$

onde

D_s = densidade do torrão seco a 105°C (g cm⁻³)

D_u = densidade do torrão úmido a 33 kPa (g cm⁻³)

26.4 Reagente

Resina SARAN F. 310 - dissolver o SARAN em metil-etil-cetona, na proporção variável de 1:4 e 1:7.

26.5 Equipamento

Estufa.

Bibliografia:

BRASHER, B. R.; FRANZMEIER, D. P.; VALASSIS, V.; DAVIDSON, S. E. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk-density and water-retention measurements. **Soil Science**, Baltimore, v. 101, p. 108, 1966.

FRANZMEYER, D. P.; ROSS, S. J. Soil swelling: laboratory measurement and relation to other soil properties. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n. 4, p. 573-577, 1968.

GROSSMAN, R. B.; BRASHER, B. R.; FRANZMEIER, D. P.; WALKER, J. L. Linear extensibility as calculated from natural-cold bulk density measurements. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n. 4, p. 570-571, 1968.

PALMIERI, F. **A study of a climo sequence of soils derived from volcanic rock parent material in Santa Catarina and Rio Grande do Sul States, Brasil.** 1986. 258 f. Ph. D (Thesis) - Purdue University, West Lafayette.

EXPRESSÃO DOS RESULTADOS ⁽¹⁾

Determinações	1ª edição (1979)	2ª edição* (1997)	3ª edição* (2011)	Precisão (casa decimal)
1 Preparo da amostra	-	-	-	-
2 Terra fina, calhaus e cascalho	g/100 g	g/kg	g/kg	0
3 Umidade atual	g/100 g g/100 g	g/100 g	g/100 g	1
4 Umidade residual	g/100 g	g/100 g	g/100 g	3
5 Umidade obtida no aparelho extrator de Richards	g/100 g	kg kg ⁻¹	kg kg ⁻¹	1
6 Umidades obtidas com a mesa de tensão (0,01 e 0,06)	g/100 g	kg kg ⁻¹	kg kg ⁻¹	1
7 Densidade aparente	g/cm ³	g/cm ³	kg/dm ³	2
8 Densidade de partículas	g/cm ³	g/cm ³	kg/dm ³	2
9 Porosidade total	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	m ³ /m ³ ⁽²⁾	0
10 Microporosidade	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	m ³ /m ³ ⁽²⁾	0
11 Macroporosidade	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	m ³ /m ³ ⁽²⁾	0
12 Análise granulométrica				
• areia grossa (2 - 0,2 mm)	g/100 g	g/kg	g/kg	0
• areia fina (0,2 - 0,05 mm)	g/100 g	g/kg	g/kg	0

• silte (0,05 - 0,002 mm)	g/100 g	g/kg	g/kg	0
• argila total (< 0,002 mm)	g/100 g	g/kg	g/kg	0
13 Argila dispersa em água	g/100 g ⁽³⁾	g/kg	g/kg	0
14 Grau de flocculação	g/100 g ⁽⁴⁾	g/100 g ⁽⁴⁾	g/kg ⁽⁴⁾	0
15 Relação silte / argila	-		-	2
16 Condutividade hidráulica	Mm/h ou cm/h	mm/h ou cm/h	mm/h ou cm/h	3
17 Percentagem de saturação	g/100 cm ³	g/100 cm ³	kg/dm ³	0
18 Percentagem de agregados	g/100 g agreg. ⁽⁵⁾	g/100 g agreg. ⁽⁵⁾	g/kg agreg. ⁽⁵⁾	1
19 Limite de liquidez	g/100 g	g/100 g	g/Kg	0
20 Limite e índice de plasticidade	g/100 g	g/100 g	g/Kg	0
21 Limite de pegajosidade	g/100 g	g/100 g	g/Kg	0
22 Limite de contração	g/100 g	g/100 g	g/Kg	0
23 Grau de contração	g/100 g	g/100 g	g/Kg	0
24 Superfície específica	m ² /g	m ² /g	m ² /g	1
25 Separação de argila e silte para análise de raios-x	-		-	-
26 Coeficiente de extensibilidade linear (COLE)	-		-	3

* 2ª edição com atualização de unidades em 2011.

⁽¹⁾ os resultados são expressos na terra fina seca em estufa (105°C).

⁽²⁾ volume de poros cm³ /100 cm³ da amostra volumétrica.

⁽³⁾ teor de argila dispersa em água em relação à quantidade de argila total.

⁽⁴⁾ teor de argila flocculada em relação a quantidade total.

⁽⁵⁾ agregados.

BIBLIOGRAFIA

ANTUNES, F. dos S.; BARRETO, W. de O. **Contribuição ao estudo químico e mineralógico das frações silte e argila de Latossolos desenvolvidos de rochas básicas do sul de Mato Grosso**. Rio de Janeiro: IME, 1982. 13 p.

ANTUNES, F. dos S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (ki) dos solos**. Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).

ARCHER, J. R.; SMITH, P. D. The relation between bulk density, available water capacity and air capacity for soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 23, p. 475-480, 1972.

ARENA, A. **La porosidad de los terrones de suelo**. Buenos Aires: Comisión Nacional de Cultura, 1945. pt.1.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras**. Rio de Janeiro, 1948. 378 p.

BERGOGLIO, H. Nota prévia sobre o efeito da destruição da matéria orgânica na análise mecânica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.68-69.

BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2 v. (Agronomy, 9).

BRASHER, B. R.; FRANZMEIER, D. P.; VALASSIS, V.; DAVIDSON, S. E. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk-density and water-retention measurements. **Soil Science**, Baltimore, v. 101, p. 108, 1966.

BRASIL. Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. Divisão de Pesquisa e Normas Técnicas. **Métodos de ensaio**. 4. ed. Rio de Janeiro, 1972. 206 p.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

CHIHACEK, L. J.; BREMNER, J. M. A simplifield ethylene glycol monoethyl ether procedure for assessment of soil surface area. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 43, n. 4, p.821-822, 1979.

DONAHUE, R.L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.

FERNANDES, B.; GALLOWAY, H.M.; BRONSON, R.D.; MANNERING, J.V. Condutividade hidráulica do solo saturado em três sistemas de manejo. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 30, n. 169, p. 232-241, 1983.

FERNANDES, B.; SYKES, I. D. Capacidade de campo e retenção de água em três solos de Minas Gerais. **Revista Ceres**, Viçosa, v.15, n.18, p.1-39, 1968.

FORSYTHE, W. **Física de suelos**: manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221 p.

FRANZMEYER, D. P.; ROSS, S. J. Soil swelling: laboratory measurement and relation to other soil properties. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n. 4, p. 573-577, 1968.

FRANZMEYER, D. P.; STEINHARDT, G. C.; CRUM, J. R.; NORTON, L. D. **Soil characterization in Indiana**: 1. Field and laboratory procedures. West Lafayette: Purdue University, 1977. 31 p. (Research Bulletin, 943).

GOMES, A.S.; CABEDA, M. S. V. Consistência de solos argilosos-escuros do Rio Grande do Sul e sua importância agronômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.31-34.

GROHMANN, F. A vibração ultrassônica na dispersão de latossolos argilosos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais...** Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.27-29.

GROHMANN, F.; RAIJ, B. van. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p.123-132.

GROSSMAN, R. B.; BRASHER, B. R.; FRANZMEIER, D. P.; WALKER, J. L. Linear extensibility as calculated from natural-cold bulk density measurements. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n. 4, p. 570-571, 1968.

HAISE, H. R.; HAAS, H.J.; JENSEN, L.R. Soil moisture studies of some great plains soils: 1. Field capacity as related to 1/3 atmosphere percentage, and "Minimum Point as related to 15 and 26 atmosphere percentages. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.19, p. 20-25, 1955.

HEILMAN, M. F.; CARTER, D. L.; GONZALEZ, C. L. The ethylene glycol monoethyl ether (EGME) technique for determining soil surface area. **Soil Science**, Baltimore, v. 100, p.409-413, 1965.

KILMER, V. J.; ALEXANDER, L. T. Methods of making mechanical analysis of soils. **Soil Science**, Baltimore, v.68, p. 15-24, 1949.

LEAMER, R.W.; SHAW, B. A simple apparatus for measuring moncapillary porosity in extensive scale. **Journal of the American Society of Agronomy**, Washington, v. 33, p. 1003-1008, 1941.

MEDINA, H .P.; GROHMANN, F. Contribuição ao estudo de análise granulométrica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 6., 1957, Salvador. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1962. p. 29-38.

MILLER, W. F. Volume changes in bulk density samples. **Soil Science**, Baltimore, v. 100, p. 300-304, 1966.

OLIVEIRA L. B. de. **Coefficiente de permeabilidade de dois tipos de solo (aluvial) da Estação Experimental do Curado**. Recife: Instituto Agrônomo do Nordeste, 1961. 32 p. (IAN. Boletim Técnico, 16).

OLIVEIRA L. B. de. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste. Solos normais, calcários com sais solúveis e salinos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 1, p. 7-15, 1966.

OLIVEIRA, L. B. de.; DANTAS, H. S.; CAMPELO, A. B.; GALVÃO, S. J.; GOMES, I. F. Caracterização de adensamento no subsolo de uma área de Tabuleiro da Estação Experimental do Curado, Recife. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p. 207-214, 1968.

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).

OLIVEIRA, L. B. de.; PAULA, J. L. de. **Notas de aulas**: curso pós-graduação em biodinâmica e produtividade do solo. Santa Maria: UFSM, 1973. Mimeografado.

OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela mesa de tensão em amostras de solo com estrutura indeformada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p.197-200, 1968.

OLIVEIRA, L. B. de; MARTINS, A. M. C. M. Considerações sobre a umidade a 15 atmosferas e a umidade de murchamento (método fisiológico), em solos do Nordeste. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.1, p.91-95, 1966.

PAIVA NETTO, J.E.; JORGE, W. de. Estudo preliminar do sistema água-solo-planta no Estado de São Paulo. In. CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 59-79.

PALMIERI, F. **A study of a climo sequence of soils derived from volcanic rock parent material in Santa Catarina and Rio Grande do Sul States, Brasil**. 1986. 258 f. Ph. D (Thesis) - Purdue University, West Lafayette.

PAULA, J. L. de. **Estabilidade de agregados em solos salinos e sódicos do Estado do Ceará**. 1981. 55 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

PAULA, J. L. de.; OLIVEIRA, L. B. de. **Umidade a 1/10 de atmosfera na terra fina pelos métodos da “panela de pressão” e “mesa de tensão”**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1984. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa, 33).

PAULA, J. L. de; COELHO, M. A. Método para determinação da estabilidade de agregados em solos sódicos e salino-sódicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 6, n. 3, p.155-160, 1982.

PIERANTONI, H. Correlações entre argila e constantes hídricas em latossolos do sul de Mato Grosso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 13., 1971, Vitória. **Resumos...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1973. p.22.

PINTO, S.; OLIVEIRA, O. V. de. **Método rápido para a determinação do limite de liquidez ajustado a solos brasileiros.** Rio de Janeiro: IPF, 1975. 16 p. (Publicação, 165).

RANZANI, G. Análise mecânica de solos pelo método de Bouyoucos modificado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.18-31.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils.** Washington: USDA, 1954. 160 p. (USDA Agriculture Handbook, 60).

RICHARDS, L. A. A pressure membrane extraction apparatus for soil solution. **Soil Science**, Baltimore, v. 51, p. 377-386, 1941.

RICHARDS, L. A.; WEAVER, L.R. Fifteen atmosphere percentage as related to the permanent wilting percentage. **Soil Science**, Baltimore, v.56, p.331-339, 1943.

RIGHES, A.A.; VEIGA, C.L. Capacidade de campo e retenção de água no solo a baixas tensões com estrutura deformada e não deformada. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE IRRIGAÇÃO E DRENAGEM, 3., 1975, Fortaleza. **Anais...** Fortaleza: Ministério do Interior: ABID: DNOCS, 1976.

RIGHES, A. A.; VEIGA, C.L.; POHLMAN, G.G. Laboratory percolation through indisturbed soil sample in relation to pore-size distribution. **Soil Science**, Baltimore, v.57, p.197-213, 1944.

SOWERS, G. F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).

SOWERS, G.F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).

TYNER, E.H. The use of sodium metaphosphate for mechanical analysis of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 4, p. 106-113, 1963.

UHLAND, R.E. Physical properties of soils as modified by crops and management. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 14, p. 361-366, 1949.

UHLAND, R.E. Rapid method for determining soil moisture. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.15, p.391-393, 1951.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L.; PIERANTONI, H. **Análise granulométrica**: novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1968. 8 p. (Boletim Técnico, 3).

VOMOCIL, J. A. Porosity. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p. 299-314. (Agronomy, 9).

Parte II

Análises Químicas

pH **(H₂O, KCl e CaCl₂)**

1.1 Princípio

Medição do potencial eletronicamente por meio de eletrodo combinado imerso em suspensão solo:líquido (água, KCl ou CaCl₂), 1:2,5

1.2 Procedimento

- Colocar 10 mL de solo em copo plástico de 100 mL numerado.
- Adicionar 25 mL de líquido (água, KCl 1M ou CaCl₂ 0,01 M).
- Agitar a amostra com bastão de vidro individual e deixar em repouso uma hora.
- Agitar cada amostra com bastão de vidro, mergulhar os eletrodos na suspensão homogeneizada e proceder a leitura do pH.

1.3 Reagentes

Solução de KCl 1 M - dissolver 74,5 g de KCl em água e elevar a 1L.

Solução padrão de CaCl₂ 1 M - pesar 147 g de CaCl₂ 2H₂O para 1L de solução. Agitar, deixar esfriar e completar o volume.

Solução de CaCl₂ 0,01 M - diluir 10 mL do padrão para cada litro de solução. Medir a C.E. desta solução, que deve ser da ordem de 2,3mS/cm.

Soluções padrão pH 4,00 e pH 7,00 - diluir ampolas padrão.

1.4 Equipamento

Potenciômetro com eletrodo combinado.

Observação:

Ligar o potenciômetro 30 minutos antes de começar a ser usado.

Aferir o potenciômetro com as soluções padrão pH 4,00 e pH 7,00.

Trabalhando em série, não é necessário lavar os eletrodos entre uma e outra amostra, mas é indispensável antes e depois de aferir o aparelho com as soluções padrão. Para horizonte sulfúrico ou material sulfídrico (Solo Tiomórfico) usar a suspensão, solo:água 1:1.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

FASSBENDER, H. W. **Química de suelos con enfase en suelos de América Latina**. Turrialba: IICA, 1975. 398 p.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

PEECH, M. Hydrogen-Ion Activity. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965a. part 2, p. 914-926. (Agronomy, 9).

SCHOFIELD, R. K.; TAYLOR, A. W. Measurement of the activities of bases in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.6, p.137-146, 1955.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

CARBONO ORGÂNICO

2.1 Princípio

Oxidação da matéria orgânica via úmida com dicromato de potássio em meio sulfúrico, empregando-se como fonte de energia o calor desprendido do ácido sulfúrico e/ou aquecimento. O excesso de dicromato após a oxidação é titulado com solução padrão de sulfato ferroso amoniacal (sal de Mohr).

2.2 Procedimento

- Tomar aproximadamente 20 g de solo, triturar em gral e passar em peneira de 80 mesh.
- Pesar 0,5 g do solo triturado e colocar em erlenmeyer de 250 mL.
- Adicionar 10,00 mL (pipetados) da solução de dicromato de potássio 0,0667 M. Incluir um branco com 10,00 mL da solução de dicromato de potássio e anotar o volume de sulfato ferroso amoniacal gasto.
- Colocar um tubo de ensaio de 25 mm de diâmetro e 250 mm de altura cheio de água na boca do erlenmeyer, funcionando este como condensador.
- Aquecer em placa elétrica até a fervura branda, durante 5 minutos.
- Deixar esfriar e juntar 80 mL de água destilada, medida com proveta, 2 mL de ácido ortofosfórico e 3 gotas do indicador difenilamina.
- Titular com solução de sulfato ferroso amoniacal 0,1 mol L⁻¹ até que a cor azul desapareça, cedendo lugar à verde.
- Anotar o número de mililitros gastos.

2.3 Cálculo

$$C(\text{g/kg}) = (40 - \text{volume gasto}) \times f \times 0,6$$

$$f = (40/\text{volume do sulfato ferroso gasto na prova em branco})$$

A percentagem de matéria orgânica é calculada multiplicando-se o resultado do carbono orgânico por 1,724. Este fator é utilizado em virtude de se admitir que, na composição média do húmus, o carbono participa com 58%.

$$\text{Matéria Orgânica (g/kg)} = C (\text{g/kg}) \times 1,724$$

Observação:

Para teores > que 2% de carbono, pipetar quantidades crescentes de dicromato de potássio : 20,00, 30,00, 40,00, ou 50,00 mL até que a coloração da solução permaneça amarela, sem traços de verde. Proceder à fervura e, após esfriar, diluir a solução de 1:5, ou seja, para volumes de 100, 150, 200 e 250 mL, respectivamente. Pipetar 50,00 mL, diluir com água e titular com sulfato ferroso; aplicar a expressão indicada para o cálculo do carbono, uma vez que a alíquota corresponde a 10 mL da solução de dicromato de potássio.

Para as amostras em que os 50 mL da solução de dicromato de potássio são insuficientes para oxidar toda matéria orgânica, usar 0,25 g de solo.

Em caso de solos salinos, adicionar uma pitada de sulfato de prata após adição de dicromato de potássio.

2.4 Reagentes

Solução de $K_2Cr_2O_7$, $0,0667 \text{ mol L}^{-1}$ em meio ácido - dissolver 39,22 g de $K_2Cr_2O_7$ p.a. (previamente seco em estufa a 130°C por uma hora), em 500 mL de água contida em balão aferido de 2 L. Juntar uma mistura, já fria, de 1.000 mL de ácido sulfúrico concentrado e 500 mL de água. Agitar bem para dissolver todo o sal, esfriar e completar o volume do balão com água.

Solução de sulfato ferroso amoniacal $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ - dissolver 40 g de $Fe (NH_4)_2 (SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ cristalizado, (sal de Mohr), em 500 mL de água contendo 10 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agitar e completar para 1 L.

Difenilamina (indicador) - pesar 1 g de difenilamina e dissolver em 100 mL de ácido sulfúrico concentrado.

Sulfato de prata (catalisador) - utilizar o sal puro (Ag_2SO_4).

Ácido ortofosfórico (H_3PO_4) concentrado (85%) p.a. - usar concentrado.

2.5 Equipamento

Bureta digital.

Agitador magnético.

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (IQA. Boletim Técnico, 11).

DONAHUE, R. L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

FRATTINI, C. T. A.; KALCKAMN, R. E. Correlação entre alguns métodos de determinação do carbono. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 2, p. 259-261, 1967.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

SCHOLLENBERGER, C. J. A rapid approximate method for determining soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v. 24, p. 65-68, 1927.

SCHOLLENBERGER, C. J. Determination of soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v. 59, p. 53-56, 1945.

VERDADE, F. C. da. Influência da matéria orgânica na capacidade de troca de cátions do solo. **Bragantia**, Campinas, v. 15, p. 35-42, 1956.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

WALKLEY, A. A critical examination of a rapid method for determination, organic carbon in soils: effects of variations in digestion conditions and organic soils constituents. **Soil Science**, Baltimore, v. 63, p. 251-263, 1946.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of the degtyareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 37, p. 29-38, 1934.

NITROGÊNIO TOTAL

3.1 Princípio

O nitrogênio em solos tropicais está praticamente ligado à matéria orgânica. Neste método, o N é convertido em sulfato de amônio através de oxidação com uma mistura de CuSO_4 , H_2SO_4 e Na_2SO_4 ou K_2SO_4 (mineralização).

Posteriormente em meio alcalino, o sulfato de amônio convertido da matéria orgânica libera amônia que, em câmara de difusão, é complexada em solução de ácido bórico contendo indicador misto, sendo finalmente determinado por acidimetria (H_2SO_4 ou HCl).

Duas técnicas são descritas considerando o mesmo princípio:

Kjeldahl por câmara de difusão;

Kjeldahl por destilação a vapor.

3.2 Procedimento

3.2.1 Kjeldahl por câmara de difusão.

- Pesar 0,7 g de solo, colocar em balão kjeldahl de 100 mL, pesado com aproximação de 0,001 g.
- Adicionar 15 mL de mistura ácida de sulfatos e proceder a digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica.
- Deixar esfriar, juntar 25 mL de água, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico.
- Juntar, gradativamente, solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-claro (início da formação dos compostos básicos de ferro).

- Deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35 g e misturar bem a solução.
- Preparar a câmara de difusão, colocando sobre a balança o pesa-filtro e adicionar, com auxílio de pipeta, 12 g da solução parcialmente neutralizada (correspondente a 140 mg de solo).
- Colocar 2,5 mL da solução de ácido bórico e 4 gotas do indicador misto no recipiente plástico, e este em um tripé de porcelana sobre a câmara de difusão.
- Adicionar ao líquido contido na câmara proveniente do ataque, 2 mL da solução de NaOH 30% e fechar imediatamente. Colocar vaselina na tampa da câmara para evitar perdas de amônia formada pela reação.
- Agitar ligeiramente a solução através de movimentos circulares e deixar em repouso durante uma noite.
- Abrir a câmara, retirar o recipiente de plástico contendo o ácido bórico e transferir para bécher de 100 mL, lavando com mais ou menos 10 mL de água.
- Titular com solução de H_2SO_4 0,005 mol L^{-1} ou HCl 0,01 mol L^{-1} M até a mudança da coloração roxa para rósea.
- Utilizar uma prova em branco e calcular a quantidade de N na amostra.

3.2.2 Kjeldahl por destilação a vapor

- Pesar 0,7 g de solo, colocar em balão kjeldahl de 100 mL, pesado com aproximação de 0,001 g.
- Adicionar 15 mL da mistura ácida de sulfatos e proceder a digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica.
- Deixar esfriar, juntar 25 mL de água, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico.
- Juntar, gradativamente, solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-claro (início da formação dos compostos básicos de ferro).
- Deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35 g e misturar bem a solução.

- Transferir 12 g (10 mL) da solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) para microdestilador kjeldahl.
- Paralelamente, colocar 25 mL de solução de ácido bórico a 4% em erlenmeyer de 125 mL, adicionando a esta solução 5 gotas do indicador misto.
- Inserir a extremidade livre do destilador na solução, tendo o cuidado de mantê-la sempre imersa até o final da destilação.
- Adicionar à solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) 2 mL de soda 30% e proceder a destilação da amônia, a vapor, durante 5 minutos.
- Titular o volume destilado, depois de frio, com solução padronizada de H_2SO_4 0,005 ml L^{-1} , até a mudança da cor roxa ou azulada para rósea.
- Finalmente, proceder à prova em branco.

3.3 Cálculo

$$N \text{ (g kg)} = a - b$$

a = mL de ácido 0,005 mol L^{-1} na amostra.

b = mL de ácido da prova em branco.

Observação:

A câmara de difusão é constituída de pesa-filtro de forma baixa, medindo 80 x 30 mm, com tampa esmerilhada. O recipiente plástico é formado de tampa de polietileno de 30 mm de diâmetro.

Para fins de levantamento de solos, esse resultado é representado como nitrogênio total; entretanto, essa determinação é considerada como nitrogênio orgânico e amoniacal.

3.4 Reagentes

Solução ácida de sulfatos de sódio e de cobre - pesar 180 g de Na_2SO_4 e dissolver em aproximadamente 1 litro de água contida em balão

aferido de 2 litros. Adicionar 18 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e, em seguida, 600 mL de H_2SO_4 concentrado; deixar esfriar e completar o volume.

Solução de hidróxido de sódio a 30% - pesar 300 g de NaOH, dissolver em água e completar o volume para 1 litro.

Indicador misto. (verde de bromocresol + vermelho de metila) - dissolver 0,1 g de verde de bromocresol e 0,02 g de vermelho de metila em álcool etílico e completar o volume para 100 mL.

Ácido sulfúrico $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ ou ácido clorídrico $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ - preparar a partir da solução M ou 0,1M.

Ácido bórico - pesar 40 g do ácido, dissolver em água e elevar a 1 litro.

3.5 Equipamento

Digestor - tubos de digestão kjeldahl em bloco de aquecimento.

Bureta digital.

Bibliografia:

BATAGLIA, O. C.; FURLANI, A. M. C.; TEIXEIRA, J. P. F.; FURLAN, P. R.; GALLO, J. R. **Métodos de análise química de plantas**. Campinas: IAC, 1983. 48 p. (IAC. Boletim Técnico, 78).

BREMNER, J. M. Determination of nitrogen in soil by the kjeldahl method. **Journal of Agricultural Science**, Cambridge (Grã-Bretanha), v. 55, p.11-33, 1960.

CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. **Bragantia**, Campinas, v..6, p.147-164, 1946.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A.; ATTOE, O. J.; MOSKAL, S.; TRUOG, E. A Chemical method for determining available soil nitrogen. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 7., 1960, Madison. **Transactions**. Groningen: International Society of Soil Science, [1960]. p. 28-35.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIIONS (CTC) E BASES TROCÁVEIS

4.1 Princípio

A CTC do solo é definida como sendo a soma total dos cátions que o solo pode reter na superfície coloidal prontamente disponível à assimilação pelas plantas. Estes cátions adsorvidos são removidos por soluções salinas de amônio, cálcio, bário e soluções de ácidos diluídas e posteriormente determinados por métodos volumétricos, de emissão ou absorção atômica.

4.2 Procedimento

Quatro técnicas de extração são descritas sucessivamente.

4.2.1 Método do KCl 1 mol L⁻¹

4.2.1.1 Extração

- Pesar 7,5 g de solo, colocar em erlenmeyer de 250 mL e adicionar 150 mL de solução de KCl 1 mol L⁻¹.
- Fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir essa operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar para erlenmeyer de 200 mL duas alíquotas de 50,00 mL da parte sobrenadante da solução, para determinação do alumínio extraível, cálcio + magnésio e cálcio trocáveis.

Observação:

Foi preferido um único extrator para cálcio, magnésio e alumínio, a fim de tornar mais verdadeira a relação entre Al^{+++} e $(S + Al^{+++})$, uma vez que a soma das bases é, na sua maior parte, composta de Ca^{++} e Mg^{++} .

A pequena solubilidade dos carbonatos alcalino-terrosos no KCl 1 mol L⁻¹, possibilita seu emprego em solos com calcário.

4.2.1.2 Reagente

Solução de KCl 1 mol L⁻¹ - pesar 74,6 g do sal, previamente seco em estufa, para cada litro de solução a ser preparada.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

McLEAN, E. O.; HEDLESON, M. R.; BARTLETT, R. J.; HOLOWAYCHUK, D. R. Aluminium in soils: I. Extraction methods and magnitud clays in Ohio soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 22, n. 5, p.382-387, 1958.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.2.2 Método do HCl 0,05 M

4.2.2.1 Extração

- Pesar 10 g de solo, colocar em erlenmeyer de 200 mL e adicionar 100 mL da solução de ácido clorídrico 0,05 mol L⁻¹.
- Fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.

- Filtrar e, no filtrado, determinar o sódio e o potássio em fotômetro de chama, diretamente ou em alíquotas diluídas conforme os teores de Na^+ e K^+ existentes na amostra.

4.2.2.2 Reagente

Solução de HCl $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ - preparar por diluição a partir de produtos concentrados de ótima qualidade.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.2.3 Método do acetato de cálcio a pH 7,0

4.2.3.1 Extração

- Pesar 10 g de solo, colocar em erlenmeyer de 200 mL e juntar 150 mL de solução de acetato de cálcio pH 7,0.
- Fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que fica na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Utilizar o sobrenadante da solução para a determinação da acidez extraível ($\text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$).

4.2.3.2 Reagente

Solução de acetato de cálcio 1 mol L^{-1} a pH 7,0 - pesar 80 g do sal para preparar 1 L de solução, dissolvendo em água. Aferir com o potenciômetro para pH 7,0 a 7,1, empregando ácido acético glacial ou hidróxido de cálcio.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

SHAW, W. M. Determination of exchangeable hydrogen and lime requirement of soils. **Journal of the Association of Official Agricultural Chemists**, Washington, v. 32, p. 437-452, 1949.

SHAW, W. M.; McINTIRE, W. H. Exchangeable hydrogen as determined by various procedures in relation to the soils capacity of calcite decomposition. **Journal of the Association Official Agricultural Chemists**, Washington, v. 34, p. 471-492, 1951.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.2.4 Método do acetato de amônio a pH 7,0

4.2.4.1 Extração

- Pesar 12,5 g de solo, colocar em erlenmeyer de 250 mL e adicionar 125 mL da solução de acetato de amônio a pH 7,0.
- Fechar com rolha de borracha, agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha e repetir essa operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar 100 mL do líquido sobrenadante e passar para depósito de plástico com tampa, de onde são tiradas as alíquotas para determinação dos íons trocáveis.

Observação:

O Na^+ e o K^+ são determinados pelo fotômetro de chama e o Ca^{++} e Mg^{++} pelo EDTA ou espectrometria de absorção atômica.

4.2.4.2 Reagentes

Solução de acetato de amônio 1 mol L⁻¹ pH 7,0 - transferir 116 mL de ácido acético glacial para um bécher de 3 litros contendo

aproximadamente 1.600 mL de água. Adicionar 140 mL de hidróxido de amônio concentrado, preferivelmente por meio de funil de haste longa que mergulha na solução, para evitar a evaporação do hidróxido de amônio. Agitar e adicionar água até próximo dos 2 litros. Levar a solução para um potenciômetro e ajustar, adicionando ácido acético ou hidróxido de amônio, o pH até 7,0. Passar para um balão aferido de 2 litros e completar o volume.

Bibliografia:

BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2 v. (Agronomy, 9).

DANTAS, M. S. de. **Determinação dos cátions permutáveis em solos contendo sais solúveis**. Recife: Instituto Agrônomo do Nordeste, 1961. (IAN. Boletim Técnico, 15).

ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service. Soil Survey Laboratory Staff. **Soil survey laboratory methods manual**. Washington, 1992. (USDA. Soil Survey Investigation Report, 42).

JUO, A. S. R.; AYANLAJA, S. A.; OGUNWALE, J. A. An evaluation of cation exchange capacity measurements for soils in the tropics. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 7, p. 751-61, 1976.

JUO, A.S.R. **Selected methods for soil and plant analysis**. Ibadan: International Institute of Agriculture, 1978. 52 p.

VERDADE, F. C. da. Influência da matéria orgânica na capacidade de troca de cátions do solo. **Bragantia**, Campinas, v. 15, p. 35-42, 1956.

4.3 Determinação

4.3.1 Alumínio trocável

4.3.1.1 Princípio

Extração com solução KCl 1 mol L⁻¹ e determinação volumétrica com solução diluída de NaOH.

4.3.1.2 Procedimento

Em uma das duas alíquotas de 50 mL obtidas na extração com KCl 1 M, adicionar 3 gotas do indicador azul de bromotimol e titular com solução de NaOH $0,025 \text{ mol L}^{-1}$, até a coloração verde-azulada persistente.

Observação:

O KCl, por ser um sal derivado de ácido e base fortes, dispensa a prova em branco sistemática. O sal sendo de boa procedência, deverá virar o azul de bromotimol após a adição da primeira gota de NaOH. O Ca^{++} Mg^{++} são determinados na alíquota após a determinação de Al^{+++} .

No caso de solos ricos em matéria orgânica, a determinação espectrofotométrica por absorção atômica é mais indicada, visto que os íons hidrogênio dissociados durante a extração com KCl são também dosados no método volumétrico.

O alumínio pode ser determinado colorimetricamente de acordo com o procedimento descrito no Manual de Métodos de Análise de Solo de 1979, item 2.8.

4.3.1.3 Cálculo

$\text{Al trocável (cmol}_c\text{/kg)} = \text{mL NaOH}$
--

4.3.1.4 Reagentes

Indicador azul de bromotimol - pesar 0,1 g do indicador, colocar em gral de quartzo e adicionar 1,6 mL de NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Triturar até a dissolução completa. Caso a cor verde desapareça, adicionar algumas gotas de NaOH. Passar o resíduo para balão de 100 mL e completar o volume com água.

Solução de NaOH $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ - pipetar 25 mL da solução molar de NaOH para balão aferido de 1 litro, completando o volume com água.

4.3.1.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

KAMPATH, E. J. Exchangeable aluminium as a criterion from liming leached mineral soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 34, p. 252-254, 1970.

KASTER, G.; POETSCH, E. Comparação entre agitação e percolação na extração de permutáveis. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p. 183-187.

LIN, C.; COLEMAN, N. T. The measurement of exchangeable aluminium in soil and clays. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p.374-378, 1965.

LOPES, H. D. S. Ensaio sobre determinação do alumínio dos solos com crestamento. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p. 105-110.

McLEAN, E. O.; HEDLESON, M. R.; BARTLETT, R. J.; HOLOWAYCHUK, D. R. Aluminium in soils: I. Extraction methods and magnitud clays in Ohio soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 22, n. 5, p.382-387, 1958.

OLMOS ITURRI LARACH, J.; CAMARGO, M.N. Ocorrência de alumínio tóxico nos solos do Brasil; sua caracterização e distribuição. **Ciência e Cultura**, São Paulo, v. 28, n. 2, p.171-180, 1976.

4.3.2 Cálcio e magnésio trocáveis

4.3.2.1 Princípio

Extração com solução KCl 1 mol L⁻¹ e determinação complexiométrica em presença dos indicadores negro de eriochromo e murexida ou calcon.

4.3.2.2 Procedimento

- No erlenmeyer, onde foi feita a titulação do Al⁺⁺⁺ trocável, adicionar 1 gota de água de bromo para destruir o azul de bromotimol .

- Adicionar 6,5 mL do coquetel tampão e 4 gotas do indicador eriochrome black e titular, imediatamente, com a solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹, até viragem da cor vermelho-arroxeadada para azul puro ou esverdeada (com esta titulação são determinados conjuntamente (Ca⁺⁺ e Mg⁺⁺)).

- Anotar o volume de EDTA gasto.

4.3.2.3 Cálculo

$$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} \text{ (cmol/kg)} = \text{mL EDTA}$$

4.3.2.4 Reagentes

Coquetel tampão: solução tampão pH 10 - dissolver 67,5 g de NH₄Cl em 200 mL de água e colocar em balão aferido de 1 litro. Adicionar 600 mL de NH₄OH concentrado, 0,616 g de MgSO₄.7H₂O e 0,930 g de EDTA, sal dissódico. Agitar bem até dissolver e completar o volume.

Verificar a “neutralidade” da solução em relação ao EDTA e ao magnésio, colocando 50 mL de água em erlenmeyer de 125 mL, 3 mL da solução tampão e 4 gotas de negro de eriochromo; a cor avermelhada deverá virar para azul puro pela adição de uma gota do EDTA 0,0125 M. Misturar 300 mL da solução tampão pH 10 com 300 mL de trietanolamina e 50 mL de cianeto de potássio a 10%, agitar e guardar em frasco próprio.

Solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹ - pesar 4,653 g do EDTA p.a. previamente seco em estufa e dissolver em água contida em balão de 1 litro, completando o volume.

Indicador negro de eriocromo (eriochrome black) - dissolver 100 mg do indicador em 25 mL de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro. Esta solução deve ser usada recém-preparada devido à facilidade de se deteriorar.

Murexida - pesar 0,5 g do indicador, colocar em gral de porcelana e misturar com 100 g de sulfato de potássio seco em pó, triturando bem. Guardar em vidro escuro.

Solução de KCN ou KOH a 10% - pesar 100 g, colocar em balão aferido de 1 litro contendo água, dissolver completamente e completar o volume.

4.3.2.5 Equipamento

Bureta digital.

Bibliografia:

DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (IQA. Boletim Técnico, 3).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32 p. (Publicação, 151-1A).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.3.3 Cálcio trocável

4.3.3.1 Princípio

Extração com solução KCl 1M e determinação complexiométrica em presença dos indicadores negro de eriocromo (eriochrome) e murexida ou calcon.

4.3.3.2 Procedimento

- No segundo erlenmeyer, colocar 2 mL de trietanolamina a 50%, 2 mL de KOH a 10% e uma pitada de murexida ($\pm$ 50 mg). Titular com solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹ até viragem da cor rósea para roxa.
- Anotar o volume de EDTA gasto, que corresponde ao cálcio existente.

4.3.3.3 Cálculo

Calcular a percentagem de cálcio na amostra de solo de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{Ca}^{++} (\text{cmol}_c/\text{kg}) = \text{mL EDTA}$$

4.3.3.4 Reagentes

Ver item 4.3.2.3.

4.3.3.5 Equipamento

Bureta digital.

Bibliografia:

DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (IQA. Boletim Técnico, 3).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.3.4 Magnésio trocável

4.3.4.1 Determinação

Diferença entre os valores de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ (ver item 4.3.2) e Ca^{++} (ver item 4.3.3).

4.3.5 Potássio trocável

4.3.5.1 Princípio

Extração com solução diluída de ácido clorídrico e posterior determinação por espectrofotometria de chama.

4.3.5.2 Procedimento

- Passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05 mol L⁻¹ no fotômetro de chama, utilizando o filtro próprio do potássio.
- Fazer a leitura e diluir a solução caso a leitura ultrapasse a do padrão utilizado.

4.3.5.3 Cálculo

$$K^+ (\text{cmol}_c/\text{kg}) = L \times \text{diluição} \times f_k$$

L = Leitura da amostra

Observação:

Para obtenção do fator f_k , preparar 4 soluções padrão de K^+ e Na^+ contendo cada uma 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol_c/L.

4.3.5.4 Reagentes

Solução padrão de KCl e NaCl (0,1 cmol_c/L) - pesar 0,0746 g de KCl e 0,0585 g da NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl 0,05 M até completar o volume de 1 litro.

Solução padrão de K^+ e Na^+ - pipetar para balões aferidos de 500,00 mL as seguintes quantidades da solução anterior: 50,00, 100,00, 150,00 e 200,00 mL. Completar o volume com solução de HCl 0,05 mol L⁻¹. Transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol_c/L respectivamente.

Passar essas 4 soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,02 cmol_c/L de K^+ ou Na^+ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro.

Traçar o gráfico leitura x concentração e determinar o fator f_k .

4.3.5.5 Equipamento

Fotômetro de chama.

Bibliografia:

CASTRO, A. F. de; ANASTÁCIO, M. L. A.; BARRETO, W. O. de. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 7, p.75-80, 1972.

CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. **Bragantia**, Campinas, v..6, p.147-164, 1946.

DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (IQA. Boletim Técnico, 3).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

FEIGENBAUM, S.; HAGIN, J. Evaluation of methods for determining available soil based on potassium on uptake by plants. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 18, p.197-203, 1967.

HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32 p. (Publicação, 151-1A).

PAIVA NETTO, J. E.; CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.79-108.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

4.3.6 Sódio trocável

4.3.6.1 Princípio

Extração com solução diluída de ácido clorídrico e posterior determinação com espectrofotometria de chama.

4.3.6.2 Procedimento

- Passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05 mol L⁻¹ no fotômetro de chama, utilizando o filtro próprio do Na⁺.
- Proceder a leitura do aparelho; diluir a solução quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

4.3.6.3 Cálculo

$$\text{Na}^+ (\text{cmol}_c/\text{kg}) = L \times \text{diluição} \times f_{\text{Na}}$$

L = Leitura da amostra

Observação:

Para a obtenção do fator f_{Na} , preparar 4 soluções padrão contendo:

0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 cmol_c /L de Na⁺, conforme item 4.3.5.4, determinar a curva, ou traçar o gráfico leitura x concentração de Na⁺, para o cálculo do fator f_{Na} .

A solução padrão de sódio pode ser preparada isoladamente; entretanto, como as determinações dos trocáveis envolvem as duas determinações (Na⁺ e K⁺), uma só solução torna-se mais prática. Quando se tratar de solos muito ricos em Na⁺, há necessidade de se proceder várias diluições para poder atingir a escala do aparelho.

4.3.6.4 Reagente

Solução padrão de sódio - ver item 4.3.5.4.

4.3.6.5 Equipamento

Fotômetro de chama.

Bibliografia:

DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (IQA. Boletim Técnico, 3).

HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32 p. (Publicação, 151-1A).

PAIVA NETTO, J. E.; CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.79-108.

4.3.7 Soma de cátions trocáveis (valor S)

4.3.7.1 Cálculo

$$\text{Valor S (cmol/kg)} = \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^{+} + \text{Na}^{+}$$

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agrônomicas. Instituto de Química Agrícola. **Métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (IQA. Boletim Técnico, 11).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

SETZER, J. As características dos principais tipos de solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 1, n. 4, p. 255-359, 1941.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

ACIDEZ DO SOLO

Serão descritos dois métodos diferentes para a determinação da acidez do solo:

Acidez trocável - a acidez ($H^+ + Al^{+++}$) liberada pela reação com solução não tamponada de KCl. Pode ser designada como acidez real e é utilizada para determinar o que se denomina CTC efetiva, que é definida como a soma das bases + ($H^+ + Al$).

Acidez potencial - a acidez obtida pela extração com solução tamponada de acetato de cálcio 1 mol L^{-1} pH 7,0. Pode ser denominada como acidez extraível ou acidez titulável e é por vezes referida erroneamente como acidez trocável. É utilizada para calcular a CTC do solo, definida como a soma das bases + acidez potencial.

5.1 Acidez trocável

5.1.1 Princípio

Soluções não tamponadas de sais neutros como o KCl não produzem acidez por dissociação de radicais carboxílicos (H^+), e assim o $H^+ + Al^{+++}$ determinados correspondem às formas trocáveis.

A determinação é feita titulando-se com NaOH em presença de fenolftaleína como indicador.

5.1.2 Procedimento

Duas técnicas de extração da acidez trocável são descritas sucessivamente.

5.1.2.1 Método do KCl 1 mol L^{-1}

- Colocar 10 g de solo em erlenmeyer de 125 mL e adicionar 50 mL de KCl 1 mol L^{-1} .

- Agitar manualmente algumas vezes e deixar em repouso durante 30 minutos.
- Filtrar em papel de filtro tipo Whatman nº 42 de 5,5 cm de diâmetro, adicionando duas porções de 10 mL de KCl 1 mol L⁻¹.
- Adicionar ao filtrado 6 gotas de fenolftaleína a 0,1% e titular com NaOH 0,1 mol L⁻¹ até o aparecimento da cor rosa.

a) **Cálculo**

$$\text{Acidez trocável (cmol/kg)} = \frac{V \times M \times 100}{p}$$

V = volume de NaOH gastos na titulação em mL

M = molaridade do NaOH

p = peso da amostra em g

b) **Reagentes**

KCl 1 mol L⁻¹ - dissolver 74,5 g do sal em 1 litro de água.

Fenolftaleína (0,1%) - dissolver 0,1 g em 100 mL de álcool etílico

NaOH 0,1 mol L⁻¹ - dissolver 1 ampola de titrisol conforme instruções. Diluir 100 mL para 1 L.

c) **Equipamento**

Bureta digital.

5.1.2.2 Método do BaCl₂ 0,1 M

- Colocar 10 g de solo em erlenmeyer de 250 mL e adicionar 100,00 mL de BaCl₂ 0,1 mol L⁻¹.
- Agitar em agitador mecânico por 1 hora ou manualmente por 1 minuto, deixando a suspensão em equilíbrio por uma noite.
- Pipetar 50,00 mL do sobrenadante.

- Determinar a acidez com NaOH 0,025 mol L⁻¹, usando 3 gotas de fenolftaleína 1% como indicador.
- Fazer a prova em branco e comparar com o ponto de viragem do indicador.

a) **Cálculo**

$$H^+ + Al^{+++} \text{ (cmol}_e\text{/kg)} = V \times 0,5$$

V = volume de NaOH 0,025 mol L⁻¹ gasto na titulação

b) **Reagentes**

BaCl₂.2H₂O 0,1 mol L⁻¹ - pesar 24,4 g do sal, colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 700 mL de água e completar o volume.

NaOH 0,025 mol L⁻¹- dissolver uma ampola padrão (titrisol ou fixanal) de NaOH conforme instruções. Colocar 25 mL desta solução em balão volumétrico e completar a 1 litro.

c) **Equipamento**

Bureta digital.

Bibliografia:

BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável:** capacidade da dupla camada elétrica. Itaguaí: UFRRJ, 1986. 273 p. Tese Doutorado.

BASCOMB, C. L. Rapid method for the determination of cation exchange capacity of calcareous and non-calcareous soils. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Essex, v.15, p.821-823, 1964.

DURIEZ, M. A. de M.; JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W. de O. **Acidez extraível do solo:** comparação entre as metodologias internacional e do Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (SNLCS). Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982a. 10 p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 10).

DURIEZ, M. A. de M.; MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R. A. L.; ARAÚJO, W. S. Apparent ECEC in some Brazilian soils and variable charges determined using three different extractors. In: INTERNATIONAL SOIL CLASSIFICATION WORKSHOP, 8., 1986, Rio de Janeiro. **Proceedings...** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS/USDA/University of Puerto Rico, 1988. p. 49-55. Part 1: papers.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

GILLMAN, G. P. A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.17, n. 1, p.129-139, 1979.

GILLMAN, G. P.; BELL, L. C. Soil solution studies on weathered soils from tropical North Queens land. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v. 16, n.1, p. 66-77, 1978.

GILLMAN, G. P.; BRUCE, R. C.; DAVEY, B. G.; KIMBLE, J. M.; SEARLE, P. L.; SKJEMSTAB, J. O. A comparison of methods used for determination of cation exchange capacity. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 14, n. 11, p. 1005-1015, 1983.

JUO, A. S. R.; AYANLAJA, S. A.; OGUNWALE, J. A. An evaluation of cation exchange capacity measurements for soils in the tropics. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 7, p. 751-61, 1976.

PEECH, M. Hydrogen-Ion Activity. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965a. part 2, p. 914-926. (Agronomy, 9).

PEECH, M.; ALEXANDER, L. T., DEAN, L. A.; REED, J. F. **Methods of soil analysis for soil fertility investigations**. Washington: USDA, 1947. 25p.

PEECH, M.; COWAN, R. L.; BAKER, J. H. A critical study of the BaCl₂ - Trietanolamina and the amonium acetate methods for determining the hydrogen content of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 26, p. 37-40, 1962.

TUCKER, B. M.; BEATY, H. J. Exchangeable cations and cation exchange capacity. In: METHODS for analysis of irrigated soils. Slough: Commonwealth Agricultural Bureaux, 1974. (Technical Communication, 54).

YUAN, T. L. Determination of exchangeable hydrogen in soils by titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 88, n. 3, p.164-167, 1959.

5.1.3 Cálculo

A CTC efetiva pode então ser calculada:

$$\text{CTC efetiva (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{Valor S} + \text{Acidez potencial})$$

$$\text{S (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{Na}^+ + \text{K}^+)$$

$$\text{acidez potencial (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{H}^+ + \text{Al}^{+++})$$

Nota: para a determinação das bases trocáveis ver capítulo 4.

5.2 Acidez potencial

5.2.1 Princípio

Extração da acidez dos solos com acetato de cálcio tamponado a pH 7,0 e determinado volumetricamente com solução de NaOH em presença de fenolftaleína como indicador.

Para solos de clima temperado, o método do cloreto de bário com trietanolamina tamponada a pH 8,2 é o mais utilizado.

5.2.2 Procedimento

- Pipetar 100,00 mL da solução sobrenadante obtida com acetato de cálcio (ver item 4.2.3.1) e passar para erlenmeyer de 200 mL (evitar o arraste de partículas de solo).
- Adicionar 5 gotas da solução de fenolftaleína a 3% e titular com a solução de 0,0606 mol L⁻¹ de NaOH até o desenvolvimento da cor rósea persistente.
- Para cada série de amostras utilizar uma prova em branco.

5.2.3 Cálculo

$$\text{H}^+ + \text{Al}^{+++} \text{ (cmol}_\text{c}/\text{kg)} = (\text{a} - \text{b})$$

a = mL NaOH da amostra

b = mL NaOH da prova em branco

Observação:

O emprego de NaOH 0,0606 mol L⁻¹ elimina o fator 1,65 usualmente utilizado no cálculo de (H⁺ + Al⁺⁺⁺).

5.2.4 Reagentes

Indicador fenolftaleína 3% - dissolver 3 g do indicador em álcool etílico, completando o volume para 100 mL.

Solução de hidróxido de sódio 0,0606 mol L⁻¹ - preparar a partir de solução padrão de NaOH através de diluições de ampolas (titrisol ou fixanal), conforme instruções.

5.2.5 Equipamento

Bureta digital.

Bibliografia:

CASTRO, A. F. de; ANASTÁCIO, M. L. A.; BARRETO, W. O. de. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 7, p.75-80, 1972a.

CASTRO, A. F. de; BARRETO, W. de. O.; ANASTACIO, M.L.A Correlação entre pH e saturação de bases de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 7, p.9-17, 1972b.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

FREITAS, G. C. Do fósforo na terra e sua dosagem. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 109-144.

MOHR, W. Análise de solos para fins de assistência aos agricultores. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.185-215.

RAMOS, F.; KEHRIG, A. G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.

SETZER, J. As características dos principais tipos de solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 1, n. 4, p. 255-359, 1941.

VETTORI, L. **Determinação da necessidade de cal dos solos**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1948. 36 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

HIDROGÊNIO EXTRAÍVEL

6.1 Cálculo

$$H^+ \text{ (cmol}_c\text{/kg)} = (H^+ + Al^{+++}) - (Al^{+++})$$

Observação:

Determinado em amostras com pH em água abaixo de 7,0.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

PRATT, P. F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 1, p. 104-106, 1966.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VALOR T - CTC
(Capacidade de Troca de Cátions)

7.1 Cálculo

$$\text{Valor T (cmol}_c\text{/kg)} = \text{Valor S} + (\text{H}^+ + \text{Al}^{+++})$$

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RAIJ, B. van. A capacidade de troca de cátions das frações orgânicas e mineral em solos. **Bragantia**, Campinas, v.28, p.85-112, 1969.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VALOR V
(Percentagem de Saturação de Bases)

8.1 Cálculo

$$\text{Valor V (V\%)} = \frac{100 \times \text{Valor S}}{\text{Valor T}}$$

Observação:

Representa a participação das bases trocáveis em relação ao total de cátions no complexo. Este valor é utilizado para a caracterização de solos eutróficos e distróficos.

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO POR ALUMÍNIO

9.1 Cálculo

A percentagem de saturação com alumínio é dada pela seguinte expressão:

$$\text{Sat. Aluminio} = \frac{100 \text{ Al}^{+++}}{(\text{Valor S} + \text{Al}^{+++})}$$

Observação:

Esta relação é empregada na separação de classes de solo quanto ao caráter álico.

Bibliografia:

CAMARGO, M. N. Incidência de alumínio permutável nos solos e proporção de ocorrência em diversas regiões do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p. 603-613.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO POR SÓDIO

10.1 Cálculo

A percentagem de saturação com sódio é dada pela seguinte expressão:

$$\text{Sat. Sódio} = \frac{100 \text{ Na}^+}{(\text{Valor T})}$$

Observação:

O valor do Na^+ corresponde ao sódio trocável; este valor é utilizado na classificação de solos salinos, sódicos e não salinos.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

TROCA COMPULSIVA (CTC e CTA)

11.1 Princípio

Troca compulsiva baseada na saturação do solo com solução de BaCl_2 e posterior adição de solução padrão de MgSO_4 . A quantidade de Mg^{++} retirada do MgSO_4 representa a CTC (troca catiônica) e o Cl^- retido a CTA (troca aniônica). Estas determinações são feitas ao pH do solo com concentrações eletrolíticas próximas às encontradas no campo.

11.2 Procedimento

- Pesar 1,0 g de solo e colocar em tubo de centrífuga de 30 mL previamente pesado.
- Adicionar 20 mL de BaCl_2 0,05 mol L^{-1} e agitar por 2 horas em agitador mecânico.
- Centrifugar e reter o sobrenadante para posterior determinação dos cátions trocáveis, Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ e K^+ , se for o caso.
- Lavar duas vezes com 20 mL de BaCl_2 0,002 mol L^{-1} , agitando 1 hora em cada lavagem. Descartar o sobrenadante.
- Após a segunda lavagem com o BaCl_2 diluído, pesar os tubos contendo o solo úmido para determinação do BaCl_2 entrante.
- Adicionar 20 mL de MgSO_4 0,0025 mol L^{-1} e agitar por 1 hora. Ajustar a condutividade elétrica para 0,3 mS /cm, utilizando água deionizada ou a solução de MgSO_4 0,0025 mol L^{-1} . Agitar por 1 hora ou deixar por uma noite.
- Pesar os tubos para determinar o volume de MgSO_4 0,0025 mol L^{-1} ou água.
- Centrifugar e determinar o Mg^{++} e o Cl^- no sobrenadante.

Observação:

O Mg^{++} pode ser determinado por compleximetria com EDTA, ou absorção atômica e o Cl^- por compleximetria com o $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ em presença de difenilcarbazona e azul de bromofenol como indicador. A padronização do $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ é recomendada, sendo normalmente feita com solução de NaCl $0,02 \text{ mol L}^{-1}$

11.3 Cálculos**CTC**

Se o Mg^{++} foi adicionado para o ajuste da condutividade da solução.

$$\text{CTC (cmol}_c\text{/kg)} = 100 \times (0,005 \times V_2 - C_1 \times V_3)$$

Se água foi adicionada para o ajuste da condutividade da solução.

$$\text{CTC (cmol}_c\text{/kg)} = 100 \times (0,05 - C_1 \times V_3)$$

CTA

$$\text{CTA (cmol}_c\text{/kg)} = 100 \times (C_3 \times V_3 - C_2 \times V_1)$$

V_1 = mL de BaCl_2 entrante

V_2 = mL de MgSO_4 adicionado

V_3 = mL final do sobrenadante

C_1 = concentração final (mmol/ml) de Mg^{++} no sobrenadante

C_2 = concentração (mmol/ml) de Cl^- na solução de BaCl_2 $0,002 \text{ mol L}^{-1}$

C_3 = concentração final (mmol/ml) de Cl^- no sobrenadante

11.4 Reagentes

Solução de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ - dissolver 24,4 g do sal em água e completar o volume a 1L.

Solução de BaCl_2 $0,002 \text{ mol L}^{-1}$ - preparar a partir de ampolas padronizadas.

Solução de MgSO_4 $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$ - preparar a partir de ampolas padronizadas.

Solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ - adicionar em balão volumétrico de 1 litro com $\pm 700 \text{ mL}$ de água, 20 mL de HNO_3 2 mol L^{-1} e 3,0 g de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Agitar até dissolução completa do sal e completar o volume com água.

Difenilcarbazona + verde de bromofenol - dissolver 0,1 g de cada indicador em 100 mL de etanol. Conservar na geladeira.

NaCl $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ - secar em estufa (120°C) por 6 horas uma alíquota do sal P.A. Após resfriar em dessecador, pesar 1,169 g, dissolver em balão volumétrico e completar a 1L com água. Usar a solução para padronizar o $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$.

11.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Bibliografia:

BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável: capacidade da dupla camada elétrica**. Itaguaí: UFRRJ, 1986. 273 p. Tese Doutorado.

BASCOMB, C. L. Rapid method for the determination of cation exchange capacity of calcareous and non-calcareous soils. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Essex, v.15, p.821-823, 1964.

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

GILLMAN, G. P. A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.17, n. 1, p.129-139, 1979.

GILLMAN, G. P.; BRUCE, R. C.; DAVEY, B. G.; KIMBLE, J. M.; SEARLE, P. L.; SKJEMSTAB, J. O. A comparison of methods used for determination of cation exchange capacity. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 14, n. 11, p. 1005-1015, 1983.

GILLMAN, G. P.; FOX, R. L. Increases in the cation exchange capacity of variable charges soils following superphosphate applications. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 14, n. 5, p. 934-938, 1980.

SCHALES. O.; SCHALES, S. S. A simple and accurate method for the determination of chloride in biological fluids. **Journal of Biological Chemistry**, Bethesda, v. 140, p. 879-884, 1941.

PONTO DE CARGA ZERO (PCZ)

12.1 Princípio

O PCZ é o ponto de cruzamento entre três ou quatro curvas de titulação potenciométricas em soluções eletrolíticas de sais formados por íons indiferentes (NaCl ou KCl).

12.2 Procedimento

- Colocar 4,0 g de solo em 45 bécheres e ordená-los em três filas de 15.
- Adicionar 10 mL de NaCl ou KCl 0,2 mol L⁻¹, 0,02 mol L⁻¹, 0,002 mol L⁻¹ nos bécheres das filas I, II e III, respectivamente. O bécher mediano (nº 8) passa a ser chamado de zero, porque só receberá a solução de NaCl ou KCl.
- Adicionar nos bécheres de nºs 1 a 7: 0,25, 0,50, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3,0 mL de HCl 0,1 mol L⁻¹ e nos de nºs 9 a 15: 0,25, 0,50, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3,0 mL de NaOH 0,1 mol L⁻¹.
- Adicionar água em cada um dos bécheres para completar o volume de 20 mL.
- Deixar em equilíbrio durante 4 dias, agitando ocasionalmente.
- Fazer curva de titulação com ácido e base para cada uma das três concentrações eletrolíticas empregadas. Estas correspondem ao teste em branco.
- Após o repouso de 4 dias, determinar o pH das suspensões e calcular as adsorções de H⁺ e OH⁻ adicionados, subtraindo-se dos valores determinados nos brancos correspondentes.
- Plotar as concentrações de H⁺ e OH⁻ adsorvidos contra os pH de cada concentração eletrolítica empregada, de forma a se obter um gráfico.

As concentrações finais das três curvas serão respectivamente: $10^{-1} \text{ mol dm}^{-3}$, $10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$ e $10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$.

- O ponto de cruzamento comum as três curvas de titulação potenciométricas correspondem às adsorções iguais de H^+ e OH^- e, portanto, o PCZ desejado.

Observação:

No caso de determinação de PCZ obtido pelo cruzamento de apenas três curvas de titulação potenciométricas, sugere-se a eliminação de curva de concentração molar.

12.3 Reagentes

Solução de NaCl ou KCl $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ - pesar 11,7 g de NaCl ou 14,9 g de KCl, colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 500 mL de água e completar o volume.

Soluções de NaCl ou KCl $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ e $0,002 \text{ mol L}^{-1}$ - são preparadas a partir das respectivas soluções $0,2 \text{ mol L}^{-1}$.

Solução de HCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ - preparada através de ampola padronizada, tipo titrisol ou fixanal.

Solução de NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ - preparada através de ampola padronizada tipo titrisol ou fixanal.

12.4 Equipamento

Potenciômetro digital, de precisão centesimal.

Bibliografia:

BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável: capacidade da dupla camada elétrica**. Itaguaí: UFRRJ, 1986. 273 p. Tese Doutorado.

GILLMAN, G. P. A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.17, n. 1, p.129-139, 1979.

RAIJ, B. van; PEECH, M. Eletrochemical properties of some oxisols and alfisols of the tropics. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 36, n. 4, p. 587-593, 1972.

SIQUEIRA, C. **Eletroquímica de solos de carga variável**: efeitos da matéria orgânica. Itaguaí: UFRRJ, 1985. 113 p. Tese Doutorado.

UEHARA, G.; GILLMAN, G. **The mineralogy, chemistry and physics of tropical soils with variable charge clays**. Boulder: Westview, 1981. 170p. (Westview Tropical Agriculture Series, 4).

VELLOSO, A. C. **Características de alguns solos sob vegetação de cerrado da região Amazônica**. Itaguaí: UFRRJ, 1976. 91 p. Tese Livre Docência.

VELLOSO, A. C.; LEAL, J. R.; SANTOS, G. A. Ponto de carga zero de Latossolos caulínícos e Latossolos gibbsícos sob cerrado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 16., 1977, São Luis. **Resumos dos trabalhos**. São Luís: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1977. p. 33.

ATAQUE SULFÚRICO

13.1 Princípio

A solubilização de amostras de solo com H_2SO_4 1:1, visando a determinação de relações moleculares (Ki e Kr), permite a avaliação de estágios de intemperização de solos.

13.2 Procedimento

- Pesar 1 g de solo e colocar em erlenmeyer de 500 mL (previamente testado quanto à qualidade do vidro) ou em recipiente de teflon.
- Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico diluído de 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação.
- Deixar esfriar, adicionar 50 mL de água e filtrar para balão aferido de 250 mL, lavando o resíduo com água até completar o volume.
- Utilizar o filtrado para as determinações de ferro, alumínio, titânio, manganês e fósforo total, e o resíduo, para a determinação da sílica.

Observação:

O extrato sulfúrico produzido com essa força iônica pressupõe que somente minerais secundários (argilo-minerais) são dissolvidos e assim os percentuais de Fe, Al, Si, Ti são próximos aos da fração coloidal do solo.

13.3 Reagente

Ácido sulfúrico diluído de 1:1 - medir 500 mL de H_2SO_4 concentrado $d=1,84 \text{ g/cm}^3$ e colocar, vagarosamente, em bécher de 2 litros contendo 500 mL de água. Deixar esfriar e colocar em vidro próprio.

13.4 Equipamento

Placa aquecedora.

Bibliografia:

ANTUNES, F. S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (Ki) dos solos.** Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).

BENNEMA, J. Oxissolos brasileiros. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais.** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p. 7-35.

DURIEZ, M. A. de M. **Método rápido para determinação complexiométrica do ferro e alumínio em solos.** Rio de Janeiro: PUC, 1974. 43 p. Dissertação Mestrado.

DURIEZ, M. A. de M., JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do Ki e Kr na terra fina.** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982b. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 271p.

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na terra fina e complexo coloidal.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

KEHRIG, A. G.; SETTE, M. E. **Determinação do Al₂O₃ na terra fina.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1952. 29p. (IQA. Boletim Técnico, 26).

MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R A. L.; DURIEZ, M. A. de M.; ARAÚJO, W. S. Teores de ferro na terra fina e na argila por ataques sulfúrico e triácido e extração pelo CBD. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Correlação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul:** exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p. 68-79.

RAIJ, B. van; VALLADARES, J.M.A.S. **Análise dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1979. 23 p. (IAC. Boletim Técnico, 16).

RAMOS, F.; KEHRIG, A. G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

SÍLICA

14.1 Princípio

Solubilização da sílica proveniente do ataque sulfúrico com solução de NaOH e posterior desenvolvimento da cor azul do complexo sílico-molibdico através da redução do molibdato com ácido ascórbico.

14.2 Procedimento

- Passar o resíduo retido no papel de filtro (método 13) com auxílio de pisseta com água (usar aproximadamente 150 mL), para o mesmo erlenmeyer onde foi feito o ataque sulfúrico. Esta operação é facilitada colocando-se o papel de filtro aberto em funil grande, preso em suporte, e aplicando-se um jato fino e forte de água.
- Adicionar 4 mL de solução de NaOH a 30% e colocar o erlenmeyer em placa elétrica até início de fervura, usando sistema de refrigeração.
- Deixar esfriar e transferir tudo para balão aferido de 200,00 mL (ou acertar a 201,2 g), com auxílio de pisseta; completar o volume com água.
- Filtrar e receber o filtrado límpido em frasco de polietileno (desprezar os dois primeiros).
- Pipetar 0,20 mL do filtrado com micropipeta (pipeta Seligson, USA) em copo plástico de 150 mL.
- Adicionar aproximadamente 50 mL de água, e, com controle de tempo da aplicação dos reagentes, adicionar 2,5 mL da solução de molibdato de amônio. Após 10 minutos, juntar 2,5 mL de solução de ácido tartárico 28% e, decorridos ± 5 minutos, 30 mg de ácido ascórbico, como redutor.
- Passar o conteúdo para balão aferido de 100,00 mL e completar o volume com água.

- Deixar o balão em repouso para desenvolvimento da cor. Após 12 horas, nunca depois de 24 horas, medir a absorvância a 695 mμ e anotar a leitura.

- Para obtenção da percentagem de sílica na amostra, preparar 3 padrões (em duplicata), de solução contendo 6 a 6,5% de SiO₂, proveniente de amostras de solo. O teor de sílica é controlado trimestralmente pelo processo gravimétrico.

- Pipetar 0,10, 0,20 e 0,40 mL deste extrato e proceder da mesma forma descrita para a amostra; determinar os valores das leituras no espectrofotômetro correspondentes a cada solução, e empregar o valor médio para o cálculo do fator de conversão da leitura em percentagem de sílica.

14.3 Cálculo

Quando a leitura da amostra não ultrapassar a leitura do padrão de 0,2 mL:

$$\text{SiO}_2 \text{ (g/kg)} = \text{Leitura da amostra} \times f_1 \times 10$$

f_1 = concentração de SiO₂ da solução padrão, em percentagem / leitura do padrão correspondente a 0,2 mL (média das duas determinações).

Quando a leitura da amostra for maior que a leitura do padrão de 0,2 mL:

$$\text{SiO}_2 \text{ (g/kg)} = [(a - b) \times f_2 + 12,5] \times 10$$

a = leitura da amostra

b = leitura do padrão 0,2 mL

f_2 = concentração de SiO₂ da solução padrão, em percentagem/diferença entre as leituras do padrão 0,4 mL e 0,2 mL (isto porque a leitura do último padrão não obedece mais à lei de Beer).

Observação:

A leitura das amostras deverá ficar entre 100 e 300 mμ para a alíquota de 0,2 mL. Diluir ou tomar alíquotas maiores que 0,2 mL, se necessário.

14.4 Reagentes

Solução ácida de molibdato de amônio - dissolver 89 g do sal em ± 600 mL de água e adicionar, lenta e continuamente, 62 mL de H₂SO₄ (concentrado previamente diluído a 100 mL com água), agitando constantemente. Esfriar e transferir para balão aferido de 1 litro. Completar o volume com água.

Ácido ascórbico - usar sal puro p.a. (± 30 mg), ou solução recém-preparada.

Ácido tartárico - 28%.

14.5 Equipamento

EAM.

Bibliografia:

DURIEZ, M. A. de M., JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do Ki e Kr na terra fina**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982b. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na terra fina e complexo coloidal**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

RAMOS, F.; KEHRIG, A. G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

FERRO NO EXTRATO SULFÚRICO

15.1 Princípio

Determinação por compleximetria com EDTA ou por espectrofotometria de absorção atômica no extrato sulfúrico.

15.2 Procedimento

- Pipetar 20 mL do extrato sulfúrico (método 13) e colocar em bécher de 300 mL de forma alta.
- Adicionar 2,5 mL da solução de HCl + HNO₃ e ferver por alguns minutos, até completa destruição da matéria orgânica (desaparecimento da cor escura).
- Repetir a operação quando a destruição não for completa.
- Adicionar 25 a 30 mL de água e ajustar o pH da solução para 1,5, em potenciômetro, empregando solução de HCl 1:1 e NH₄OH concentrado, quando for o caso.
- Adicionar, em seguida, 1 mL da solução de ácido sulfossalicílico como indicador e aquecer até temperatura aproximada de 60°C.
- Titular com solução de EDTA 0,01 mol L⁻¹, passando a coloração de vermelho para amarelo (observar que a reação é lenta).
- Após a titulação separar o bécher com a solução, para ser empregada na determinação de Al₂O₃.

15.3 Cálculo

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (g/kg)} = \text{mL EDTA } 0,01\text{M} \times 10$$

Observação:

O ferro pode ser determinado com o EDTA a pH 2,0 a 2,2; entretanto, quando se usa a mesma alíquota para a determinação do alumínio, é recomendável baixar esse pH a 1,5, a fim de tornar a determinação do ferro mais seletiva.

15.4 Reagentes

Ácido clorídrico 1:1 - adicionar 500 mL de água em proveta de 1 litro e juntar 500 mL de HCl concentrado.

Ácido clorídrico + ácido nítrico 1:4 - colocar 50 mL de HNO₃ concentrado em proveta de 250 mL e adicionar, vagarosamente, 200 mL de HCl 1:1. Agitar, homogeneizar e guardar em vidro escuro.

Ácido sulfossalicílico 5% - pesar 50 g do produto e dissolver em água, contida em balão de 1 litro. Agitar até dissolver e completar o volume.

EDTA 0,01 mol L⁻¹ - pesar, exatamente, 3,7224 g do sal (etileno-diamino-tetra-acetato de sódio) e dissolver em água contida em balão aferido de 1 litro. Agitar até completa dissolução e completar o volume. Guardar em recipiente de polietileno e padronizar com solução de cloreto de cálcio 0,01 mol L⁻¹.

Cloreto de cálcio 0,01 mol L⁻¹ - pesar 1 g de CaCO₃ puro p.a. e colocar em bécher de 250 mL. Umedecer e em seguida aplicar, gota a gota, ácido clorídrico concentrado, até total dissolução do sal. Aquecer caso seja necessário. Transferir para balão aferido de 1 litro, lavar bem o bécher e completar o volume.

15.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Bibliografia:

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (IQA. Boletim Técnico, 11).

DURIEZ, M. A. de M. **Método rápido para determinação complexiométrica do ferro e alumínio em solos.** Rio de Janeiro: PUC, 1974. 43 p. Dissertação Mestrado.

DURIEZ, M. A. de M., JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do Ki e Kr na terra fina.** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 271p.

ILCHENKO, V.; MENDES, J. F. Algumas modificações no processo de Truog-Drosdoff para a determinação de SiO_2 , Al_2O_3 livres nos colóides do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais.** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p. 103-108.

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

PERRAUD, E.; AGUIAR, A. C.; MUNIZ, E. M. **Métodos de análise utilizados no laboratório de Pedologia do Instituto de Geociência da UFBA, Salvador.** Salvador: UFBA, 1976. Mimeografado.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo.** Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

ALUMÍNIO NO EXTRATO SULFÚRICO

16.1 Princípio

Determinação por complexometria com CDTA ou por espectrofotometria de absorção atômica no extrato sulfúrico.

16.2 Procedimento

- Após a dosagem de Fe_2O_3 pelo EDTA, adicionar 10 mL da solução de CDTA (aguardar mais ou menos 1 hora), 10 mL da solução tampão de acetato de amônio pH 4,5 (esperar 10 minutos), 50 mL de álcool etílico e 2 mL de solução de ditizona (recém-preparada).

- Titular o excesso de CDTA com solução de sulfato de zinco, até viragem de cor verde-acinzentada para cor rosa forte, sendo esta mudança nítida e instantânea.

- Paralelamente, empregar uma prova em branco e determinar o volume de sulfato de zinco necessário para reagir com 10 mL do CDTA.

16.3 Cálculo

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (g/kg)} = (a - b) \times 10$$

a = mL de ZnSO_4 na amostra

b = mL de ZnSO_4 na prova em branco

Observação:

Este método determina conjuntamente o alumínio e o titânio, sendo necessário descontar o TiO_2 obtido pelo método para ter o resultado só de Al_2O_3 . Em caso de solos com alto teor de TiO_2 (Latossolo Roxo, por exemplo) é conveniente recorrer à separação prévia do titânio e ferro por

precipitação, para em seguida proceder à determinação do Al_2O_3 pelo mesmo método.

16.4 Reagentes

Solução do CDTA $0,031 \text{ mol L}^{-1}$ - pesar exatamente 11,30g do ácido 1,2 ciclo-hexilenodinitrilo - tetracético. Colocar em bécher de 250 mL e adicionar 100 mL de solução de NaOH 2,5%, recém-preparada. Agitar bem com bastão de vidro até dissolver; transferir para balão aferido de 1 litro, adicionando água até completar o volume. Guardar a solução em depósito de polietileno.

Acetato de amônio de pH 4,5 - colocar 6 mL do ácido acético ($\text{C}_2\text{O}_2\text{H}_4$) glacial em balão aferido de 50 mL, contendo 40 mL de água. Homogeneizar e completar o volume. Transferir a solução para erlenmeyer de 125 mL, adicionar 2 gotas de azul de bromotimol e titular com NH_4OH concentrado até viragem do azul para o verde, anotando o volume gasto. Preparar a solução tampão, colocando 120 mL do ácido acético em balão aferido de 1 litro contendo 500 mL de água e adicionar, pouco a pouco, agitando, a quantidade de NH_4OH gasto na titulação anterior multiplicada por 10. Agitar e completar o volume.

Álcool etílico absoluto - utilizar o produto comercial.

Solução de ditizona a 0,025% - pesar 0,025 g de ditizona (difentiotiocarbazona) e dissolver em 100 mL de álcool etílico p.a. Esta solução é instável, podendo ser usada no máximo por 2 a 3 dias se colocada em geladeira.

Solução de sulfato de zinco $0,0156 \text{ mol L}^{-1}$ - pesar 4,5190 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, colocar em balão aferido de 1 litro contendo água, agitar, homogeneizar e completar o volume.

16.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Bibliografia:

DURIEZ, M. A. de M. **Método rápido para determinação complexiométrica do ferro e alumínio em solos**. Rio de Janeiro: PUC, 1974. 43 p. Dissertação Mestrado.

DURIEZ, M. A. de M., JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do Ki e Kr na terra fina**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

ILCHENKO, V.; MENDES, J. F. Algumas modificações no processo de Truog-Drosdoff para a determinação de SiO_2 , Al_2O_3 livres nos colóides do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p. 103-108.

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

KEHRIG, A. G.; SETTE, M. E. **Determinação do Al_2O_3 na terra fina**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1952. 29p. (IQA. Boletim Técnico, 26).

RAIJ, B. van; VALLADARES, J.M.A.S. **Análise dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1979. 23 p. (IAC. Boletim Técnico, 16).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

TITÂNIO NO EXTRATO SULFÚRICO

17.1 Princípio

Peroxidação do sulfato de titânio a persulfato com H_2O_2 concentrada e determinação espectrofotométrica por absorção molecular ou diretamente no extrato sulfúrico por absorção atômica. O teor de TiO_2 no solo serve como indicativo de solo desenvolvido a partir de rocha básica.

17.2 Procedimento

- Pipetar 25,00 mL do extrato sulfúrico (método 13), colocar em balão aferido de 50,00 mL e adicionar 4 mL de ácido sulfúrico 1:1.
- Adicionar, gota a gota, solução de permanganato de potássio até persistência de coloração violeta, e aquecer até próximo à fervura (80 a 90°C), durante 5 minutos; caso a coloração desapareça, adicionar mais algumas gotas de permanganato.
- Juntar, gota a gota, solução de ácido oxálico a 10%, até completo descoloramento, evitando excesso deste redutor.
- Deixar esfriar, juntar 1 mL de ácido fosfórico concentrado, e 7 gotas de H_2O_2 . Agitar e completar o balão com água.
- Colocar 0,5, 1 e 2 mL da solução padrão de TiO_2 (1 g/litro) em balão aferido de 50,00 mL, adicionar ± 20 mL de água, 6 mL de H_2SO_4 1:1, 1 mL de H_3PO_4 a 50% e 7 gotas de perhidrol. Completar o volume.
- Depois de algumas horas (a coloração é estável durante alguns dias) medir a absorvância a 430 m μ e anotar a leitura.
- Medir em absorvância. Anotar a leitura correspondente a cada padrão.

17.3 Cálculo

$$\text{TiO}_2(\text{g/kg}) = a \times f_1 \times 10$$

Ou

$$\text{TiO}_2(\text{g/kg}) = [(a - b) \times (f_2 + f_1)] \times 10$$

a = leitura da amostra

b = leitura do padrão 2 mL

Calcular os fatores f_1 e f_2 conforme se segue:

$$f_1 = 1/L_1$$

L_1 = leitura do padrão 1 mL

$$f_2 = 1/L_2 - L_1$$

L_2 = leitura do padrão 2 mL

Observação:

Usar o fator f_2 quando a leitura da amostra > a leitura do padrão 2 mL.

Os numeradores das expressões relativas aos fatores f_1 e f_2 são obtidos relacionando-se amostra e padrão.

Os resultados deverão ser multiplicados por 2.

17.4 Reagentes

Ácido sulfúrico 1:1 - adicionar 500 mL de H_2SO_4 concentrado a idêntico volume de água, contida em proveta de 1 litro.

Potmanganato de potássio - empregar solução concentrada de KMnO_4 .

Ácido oxálico a 10% - dissolver 100 g do produto p.a. em 600 mL de água contida em proveta de 1 litro, agitar e completar o volume.

Perhidrol ou água oxigenada - utilizar o produto p.a.

Solução padrão de TiO₂ (1 g/litro).

- Pesar 1 g de TiO₂ p.a., colocar em bécher de 400 mL e adicionar 50 mL de solução de H₂SO₄ 1:1.

- Aquecer no banho de areia em capela, até o desprendimento de SO₃. Adicionar 250 mL de água, agitando continuamente com bastão de vidro para evitar hidrólise e ferver durante alguns minutos.

- Deixar esfriar, transferir para balão aferido de 1 litro e completar o volume (filtrar se necessário).

- Pipetar 100 mL, colocar em bécher de 250 mL, aquecer e adicionar, gota a gota, a solução de hidróxido de amônio 1:1 até ligeiro excesso, usando azul de bromotimol como indicador.

- Ferver durante 5 minutos, filtrar em papel de filtro sem cinzas e lavar o precipitado com água quente, até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de sulfatos pelo cloreto de bário a 10%.

- Colocar o papel de filtro em cadinho de porcelana na estufa, durante 1 a 2 horas, e depois em mufla, para calcinar até 800 – 900°C, deixando nessa faixa de temperatura durante 1 a 2 horas.

- Esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g.

- Efetuar esta determinação em duplicata e determinar a concentração exata da solução de TiO₂ em função do peso do resíduo depois de calcinado, de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{TiO}_2(\text{g/L}) = \frac{\text{peso do resíduo}}{0,1}$$

17.5 Equipamento

EAM.

EAA.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

PAIVA NETTO, J. E.; CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.79-108.

SHERMAN, G. D.; KANEHIRO, Y. Titanium. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 2, p. 974-979. (Agronomy, 9).

MANGANÊS NO EXTRATO SULFÚRICO

18.1 Princípio

Peroxidação do manganês com periodato de potássio e leitura espectrofotométrica por absorção molecular ou diretamente do extrato sulfúrico por absorção atômica.

18.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 20,00 mL do extrato sulfúrico para bécher de 100 mL, adicionar 1 mL de ácido nítrico concentrado e aquecer até destruição da matéria orgânica.
- Adicionar 1 mL de ácido fosfórico concentrado e 0,2 a 0,3 g (1 pitada) de periodato de potássio.
- Acrescentar 10 mL de água e ferver por cinco minutos.
- Deixar esfriar, transferir para balão de 100,00 mL e completar com água.
- Pipetar 0,1, 0,2, 0,5 e 1 mL de solução padrão (fixanal) 0,02 mol L⁻¹ de permanganato de potássio para balão de 100,00 mL.
- Adicionar a cada um dos padrões a mesma quantidade de ácido nítrico, fosfórico e periodato de potássio que foi adicionada às amostras.
- Completar o volume dos balões a 100,00 mL com água e deixar em repouso.
- Proceder à leitura em absorvância, após 1 hora, em espectrofotômetro a 550 mμ.

18.3 Cálculo

Calcular a percentagem do MnO pela seguinte expressão:

$$\text{MnO (g/kg)} = L \times f \times 4,494$$

Determinar os fatores de conversão de leituras para teores de KMnO₄ na amostra em função dos padrões do KMnO₄, conforme descrito abaixo.

$$f_1 = 0,395 / L_1 \text{ de KMnO}_4$$

$$f_2 = 1,975 / L_2 \text{ de KMnO}_4$$

L₁ = leitura padrão de 0,1 mL

L₂ = leitura padrão de 0,5 mL

4,494 = fator de conversão de KMnO₄ para MnO.

Os numeradores das expressões relativas aos fatores f₁ e f₂ são obtidos relacionando-se amostra e padrão.

18.4 Equipamento

EAM.

EAA.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

SEILER, F. E. E.; ILCHENKO, V. O manganês na série dos cátions trocáveis do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p. 83-91.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

FÓSFORO NO EXTRATO SULFÚRICO

19.1 Princípio

Solubilização das formas fosfatadas minerais e orgânicas pelo H_2SO_4 1:1. O fósforo contido no extrato sulfúrico representa a concentração total deste elemento.

19.2 Procedimento

- Pipetar 10,00 mL do extrato sulfúrico para balão de 50,00 mL.
- Adicionar 10 mL de solução de H_2SO_4 concentrado.
- Juntar água até aproximadamente 35 mL e uma “pitada” (15 mg) de ácido ascórbico.
- Agitar até completa dissolução do ácido ascórbico e completar o volume.
- Pipetar 0,5 - 1 - 2 mL de solução padrão de fósforo contendo 50 mg/L para balões aferidos de 50 mL. Juntar um pouco de água e 10 mL do reagente concentrado do fósforo assimilável (compensação de acidez com as amostras provenientes do ataque sulfúrico) e uma “pitada” (15 mg) de ácido ascórbico. Agitar e completar o volume com água.
- Determinar as leituras em espectrofotômetro a 660 m μ .

19.3 Cálculo

$$\text{P}_2\text{O}_5(\text{g/kg}) = L_1 \times f \times 10$$

$$f = 0,125/L_1$$

L_1 = leitura do padrão de 1 mL

Observação:

0,125 g de P_2O_5 foi obtido relacionando-se amostra e padrão.

19.4 Reagentes

Solução de molibdato de amônio - em balão de 1 litro, vidro Pyrex, contendo $\pm$ 500 mL de água, juntar 2 g de subcarbonato de bismuto e, rapidamente, 100 mL de H_2SO_4 concentrado. Com o calor desenvolvido, o sal de bismuto se dissolve. Esfriar, adicionar a esta solução outra de 20 g de molibdato de amônio em 200 mL de água. Completar o volume.

Solução padrão de P_2O_5 contendo 50 mg de P_2O_5 por litro - dissolver 0,0958 g de KH_2PO_4 em água destilada, juntar 3 mL de H_2SO_4 concentrado e completar a 1 litro.

19.5 Equipamento

EAM.

Bibliografia:

ANASTÁCIO, M. L. A. **Fixação do fósforo nos solos brasileiros**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1968. 13 p. (Boletim Técnico, 4).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

FREITAS, G. C. Do fósforo na terra e sua dosagem. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 109-144.

KOLTOFF, I. M.; SANDELL, E. B. **Textbook of quantitative inorganic analysis**. New York: MacMillan, 1949. 794 p.

MARQUES, B. H. R. **Determinação colorimétrica do fósforo total em solos pelo método de redução pelo ácido ascórbico a frio**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1961. 31p. (IQA. Boletim Técnico, 61).

MOHR, W.; CARVALHO, M.C. Contribuição para o conhecimento de combinações de fósforo nos solos do Rio Grande do Sul. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.131-143.

RAMOS, F.; KEHRIG, A. G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.

RELAÇÕES MOLECULARES Ki e Kr

20.1 Cálculo

O Ki é calculado em função dos valores expressos em % de SiO₂ e Al₂O₃, divididos pelos seus respectivos pesos moleculares. Os resultados obtidos nos itens 14.3 e 16.3 devem ser divididos por 10.

$$K_i = \frac{\% \text{ SiO}_2 \times 1,70}{\% \text{ Al}_2\text{O}_3}$$

O Kr é calculado em função dos valores expressos em % de SiO₂ e Al₂O₃ + Fe₂O₃, divididos pelos seus respectivos pesos moleculares. Os resultados obtidos nos itens 14.3, 15.3 e 16.3 devem ser divididos por 10.

$$K_r = \frac{\% \text{ SiO}_2 / 0,60}{(\% \text{ Al}_2\text{O}_3 / 1,02) + (\text{Fe}_2\text{O}_3 / 1,60)}$$

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

GUIMARÃES, G. A.; BASTOS, J. B.; LOPES, E. C. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém: Instituto de Pesquisa Agropecuária do Norte, 1970. 108 p. (IPEAN. Boletim Técnico, 1).

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo.** Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L. Ki e Kr na terra fina e argila. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 7., 1959, Piracicaba. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1971. p.35.

RELAÇÃO MOLECULAR Al_2O_3 / Fe_2O_3

21.1 Cálculo

Obtida em função dos valores expressos em percentagens de Al_2O_3 e Fe_2O_3 , divididos pelos seus respectivos pesos moleculares, pela seguinte expressão simplificada:

$$K_i = \frac{\% \text{Al}_2\text{O}_3 \times 1,57}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3}$$

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

GUIMARÃES, G. A.; BASTOS, J. B.; LOPES, E. C. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém: Instituto de Pesquisa Agropecuária do Norte, 1970. 108 p. (IPEAN. Boletim Técnico, 1).

FERRO, ALUMÍNIO, MANGANÊS E SÍLICA EXTRAÍVEIS

Estas análises compreendem:

- compostos de ferro, alumínio e manganês livres no solo extraídos por solução de citrato-ditionito-bicarbonato;
- compostos de ferro, alumínio e sílica amorfos extraídos por solução de oxalato ácido de amônio;
- ferro e alumínio de ligações orgânicas extraídas por solução de pirofosfato.

22.1 Método do citrato-ditionito-bicarbonato (CBD)

22.1.1 Princípio

A amostra é aquecida em uma solução complexante tamponada de citrato/bicarbonato, a qual é adicionada ditionito de sódio em pó como agente redutor. O ferro, alumínio e manganês são determinados no extrato pelo AAS.

22.1.2 Procedimento

- Pesar 1 a 2 g de solo e colocar em tubo de centrífuga de 100 mL. Tem-se como critério pesar 1 g para amostras com teores de Fe_2O_3 total (ferro do ataque sulfúrico) acima de 5 % e 2 g para abaixo de 5%.
- Adicionar 40 mL da solução de citrato tribásico de sódio biidratado 0,3 M e 5 mL de solução de bicarbonato de sódio 1 mol L⁻¹.
- Aquecer em banho-maria à temperatura entre 75°C e 80°C. *Precaução:* a temperatura não deve exceder a 80°C (precipitação do enxofre).
- Juntar 1 g de ditionito de sódio em pó, agitar constantemente por 1 minuto e ocasionalmente por 5 minutos. Uma segunda porção de 1 g de ditionito é adicionada agitando-se posteriormente. Uma terceira porção

de 1 g é adicionada com agitação ao final do segundo período de 5 minutos.

- Adicionar 10 mL de solução saturada de NaCl e manter o aquecimento em banho-maria por algum tempo.

- Deixar esfriar e centrifugar durante 10 minutos a 2.000 rpm.

- Transferir o líquido sobrenadante para balão de 250 mL e repetir a operação até se obter um líquido sobrenadante claro. Completar o volume com água.

22.1.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Mn, Si (g/kg)} = \frac{\text{L x diluição x 1000}}{\text{P}}$$

L = mg/l Fe, Al, ou Mn no extrato da amostra diluída

p = solo em g

Fatores de conversão:

g /kg Fe₂O₃ = g /kg Fe x 1,43

g /kg Al₂O₃ = g /kg Al x 1,89

g /kg SiO₂ = g /kg Si x 2,14

22.1.4 Reagentes

Solução de citrato de sódio 0,3 mol L⁻¹ - dissolver 88,23 g de citrato de sódio bihidratado em 1 litro de água.

Solução de bicarbonato de sódio 1 mol L⁻¹ - dissolver 84,01 g em 1 litro de água.

Ditionito de sódio - pó.

Soluções padrão de Fe, Al, e Mn - diluir ampolas padronizadas conforme instruções.

22.1.5 Equipamento

Banho-maria.

Centrífuga.

EAA.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

HOLMGREN, G.G.S. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 31, p. 210-211, 1967.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

KILMER, V. J. The estimation of free iron oxides in soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 24, p. 420-421, 1960.

MEHRA, O. P.; JACKSON, M. L. Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 7. **Proceedings**. New York: Pergamon, 1960. p.317-327.

22.2 Método do oxalato ácido de amônio

22.2.1 Princípio

Baseia-se na afinidade do oxalato em meio ácido para formação de complexos coloidais após a dissolução dos óxidos e oxi-hidróxidos amorfos do solo (Fe, Al, Si), permanecendo inatacados os argilo-minerais cristalinos. O Fe, Al e Si são determinados no extrato pelo EAA por espectrofotometria de absorção atômica.

22.2.2 Procedimento

- Pesar 0,5 g de solo para tubo de centrífuga.
- Adicionar 20 mL de oxalato ácido de amônio 0,2 mol L⁻¹ pH 3,0.

- Agitar por 4 horas no escuro.
- Centrifugar por 15 minutos a 2.000 rpm.
- Cuidadosamente, passar o líquido sobrenadante para vidro escuro de 100 mL e reservar para as determinações de Fe, Al e Si.

22.2.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Si (g/kg)} = \frac{\text{L x diluição x 1000}}{\text{P}}$$

L = leitura em mg/kg

p = solo em g

Fatores de conversão:

g/kg Fe_2O_3 = 1,43 x g/kg Fe

g/kg Al_2O_3 = 1,89 x g/kg Al

g/kg SiO_2 = 2,14 x g/kg Si

22.2.4 Reagentes

Oxalato ácido de amônio 0,2 mol L^{-1} pH=3 - dissolver 28,4 g do oxalato de amônio e 12,6 g do ácido oxálico em 1 litro de água. Misturar 700 mL do sal com 530 mL do ácido. Ajustar o pH=3 com ácido oxálico ou NH_4OH .

22.2.5 Equipamentos

Agitador mecânico.

EAA.

Bibliografia:

McKEAGUE, J. A.; J. H. DAY. Dithionite and oxalate extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 46, p.13-32, 1966.

WADA, K. Allophane and imogolite. In: DIXON, J.B.; WEED S.B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2. ed. [S.l.]: Soil Science Society of America, 1989. p.1051-1087.

22.3 Método do pirofosfato de sódio

22.3.1 Princípio

Os complexos de ferro e alumínio com a matéria orgânica são extraídos com pirofosfato de sódio, permanecendo inatacáveis as formas inorgânicas amorfas e cristalinas.

22.3.2 Procedimento

- Triturar 5 g de amostra no gral e passar por tamiz de 100 mesh.
- Pesar 0,3 g de amostra (100 mesh) em tubos de centrifuga (1 g p/amostra com pouco Fe e Al).
- Adicionar 30 mL de solução de pirofosfato de sódio 0,1 mol L⁻¹. Vedar e agitar por uma noite ou agitar por 2h, deixar em repouso por uma noite e agitar novamente por 2 horas.
- Centrifugar a 20.000 rpm por 10 minutos. Se não dispuser de supercentrífuga, adicionar 0,5 mL de solução super flocc 0,1%, e centrifugar por 15 minutos a aproximadamente 3.500 rpm.
- Decantar o sobrenadante claro em um frasco e armazenar em "freezer" para futuras análises.
- A determinação dos elementos é feita por absorção atômica.

22.3.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al (g/kg)} = \frac{\{(a - b) \times \text{diluição} \times 10\} \times 10}{P}$$

a = mg/L de Fe ou Al

b = branco

p = solo em g

22.3.4 Reagentes

Pirofosfato de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ - dissolver 44,6 g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ em água e elevar a 1 litro.

Super floc (N - 100).

22.3.5 Equipamento

Supercentrífuga.

Bibliografia:

BASCOMB, C. L. Distribution of pyrophosphate - extractable iron and organic carbon in soils of various groups. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.19, p.251-268, 1968.

FRANZMEIER, D. P.; HAJEK, B. F.; SIMONSON, C. H. Use of amorphous material to identify spodic horizons. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p.737-743, 1965.

WADA, K. Allophane and imogolite. In: DIXON, J.B.; WEED S.B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2. ed. [S.l.]: Soil Science Society of America, 1989. p.1051-1087.

SAIS SOLÚVEIS

23.1 Princípio

Determinação dos sais solúveis nos solos pela medição de cátions e ânions no extrato aquoso. O procedimento descrito é o do extrato obtido na pasta de saturação. A salinidade do solo é estimada pela condutividade elétrica do extrato.

23.2 Preparação do extrato de saturação

23.2.1 Procedimento

- Pesar 100 a 200 g de solo e colocar em bécher de plástico de 400 mL.
- Adicionar água contida em proveta de 50 mL, em quantidade inicial de 25 mL para solos arenosos e 50 mL para os demais.
- Amassar a amostra com espátula de aço inoxidável e continuar a adição de água, pouco a pouco, de preferência por meio de bureta de 50 mL.
- Dar como concluída essa operação quando a massa do solo apresentar aspecto brilhante ou espelhante, ou quando uma pequena quantidade de água adicionada já não é mais absorvida pela massa do solo, ou ainda, quando a pasta deslizar suavemente na espátula.
- Anotar a quantidade de água utilizada e deixar a amostra em repouso durante 4 horas ou uma noite.
- Decorrido esse tempo, verificar se a massa do solo apresenta excesso ou falta de água; no primeiro caso adicionar mais 50 g de terra fina e repetir a operação de saturação; no segundo caso adicionar mais água até completar a saturação. Determina-se então a percentagem de saturação:

$$\% \text{ de água na pasta saturada} = \frac{100 \times V}{P}$$

V = volume em mL de água gastos

p = peso da amostra

- Transferir a pasta saturada para um funil de Buckner contendo papel de filtro e adaptado a um kitasato de 500 mL.
- Aplicar a sucção e coletar o filtrado.
- Transferir o extrato para depósito de plástico com tampa e anotar o número da amostra.

Observação:

Adicionar 1 gota de solução de hexametáfosfato de sódio a 1% para cada 25 mL de extrato, quando se vai determinar os íons carbonatos e bicarbonatos, para evitar a precipitação do carbonato de cálcio durante o repouso da amostra. A quantidade de solo a ser usada depende das determinações a serem feitas, entretanto, para solos de textura média, 250 g são suficientes para se obter uma quantidade de extrato razoável. A pasta não deve acumular água na superfície, perder seu brilho ou endurecer durante o repouso; especial cuidado se deve ter quando se trata de Solos Orgânicos, muito argilosos ou sódicos.

23.2.2 Equipamento

Funil buckner.

Bomba a vácuo.

Bibliografia:

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

23.3 Condutividade elétrica

23.3.1 Procedimento

- Utilizar o extrato de saturação obtido (ver item 23.2.1) e um condutivímetro de leitura direta.
- Medir a temperatura do extrato e ajustar o aparelho para essa temperatura; ligar o aparelho com certa antecedência e aferir a leitura do mesmo com solução de KCl 0,01 mol L⁻¹ (condutividade de 1,4 mS/cm).
- Lavar a célula de condutividade com água 2 a 3 vezes e encher a mesma com o extrato de saturação.
- Fazer a leitura direta de mS/cm.

Observação:

Lavar bem a célula com água destilada depois de cada determinação para evitar interferência nos resultados.

Quando necessário (solos com predominância de argilo-expansivos), recorrer ao seguinte procedimento indireto utilizando o solo e o extrato aquoso de 1:1 por filtração simples:

- pesar 50 g de solo para erlenmeyer de 100 mL e adicionar 50 mL de água;
- agitar esporadicamente e deixar em repouso durante uma noite;
- filtrar em papel de filtro comum;
- utilizar o filtrado, mesmo sendo turvo e medir a condutividade elétrica expressa em mS/cm;
- a percentagem de água na pasta saturada é obtida conforme especificado no item 23.2.1.

23.3.2 Reagente

Solução de cloreto de potássio 0,01 mol L⁻¹ - pesar 0,7456 g do sal previamente seco em estufa a 110°C, dissolver em água e completar o volume para 1 litro. A CE dessa solução é de 1,4 mS/cm.

23.3.3 Equipamento

Condutivímetro digital.

Bibliografia:

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

23.4 Cátions solúveis

23.4.1 Princípio

O cálcio e magnésio solúveis são determinados pelo AAS e o sódio e potássio pelo fotômetro de chama nos extratos diluídos. Interferências nas determinações pelo AAS são eliminadas pela adição de lantânio.

23.4.2 Procedimento

23.4.2.1 Ca e Mg solúveis

- Diluir uma solução padrão de Ca 1.000 mg/L para 250 mg/L; pipetar 50,00 mL para balão volumétrico de 200,00 mL e completar o volume com água.

- Diluir uma solução padrão de Mg 1.000mg/L para 25 mg/L; pipetar 2,005 mL para balão volumétrico de 1L e completar o volume com água.

- Pipetar uma série de 0-5-10-15-20-25 mL para balão volumétrico de 250,00 mL das soluções de Ca 250 mg/L e Mg 25 mg/L respectivamente.

- Em cada amostra adicionar 2,5 mL da solução de lantânio a 1%. Completar o volume com água.

23.4.2.2 Na solúvel

- Passar o extrato de saturação no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura, diluindo o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

23.4.2.3 K solúvel

- Passar o extrato de saturação no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura e diluir o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

23.4.3 Cálculos

O sal solúvel no solo é expresso de duas formas:

- concentração de cátions no extrato, expresso em cmol_c /L;
- concentração de cátions no solo, expresso em cmol_c /kg.

A concentração do Ca e Mg no extrato é obtido por:

$$\text{Ca, Mg (cmol/L)} = \frac{\text{L x diluição x 0,1}}{\text{Equivalente em peso}}$$

L = mg/L Ca e Mg no extrato

Equivalente Peso = (Ca = 20,0, Mg = 12,2)

A concentração do Na e K no extrato é obtido por:

$$\text{Na, K solúveis (cmol/L)} = L \times \text{diluição} \times f_{\text{Na, K}} \times 0,1$$

L = leitura da amostra

Observação:

Obter o fator f para o Na^+ em função dos valores obtidos com os padrões de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol/L Na^+ na mesma forma indicada no item 4.3.6, adaptando-o para cmol/L. Geralmente é necessário proceder a várias diluições para tornar possível a leitura no aparelho.

O fator f para o potássio é obtido da mesma maneira indicada no item 4.3.5; usualmente as diluições para o potássio são bem menores do que para o sódio.

O teor de cátions no solo é obtido por:

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúvel (cmol/Kg)} = \text{Ca, Mg, Na, K solúvel (cmol/L)} \times \frac{\text{PS}}{100}$$

PS = Percentagem de saturação (ver item 23.2.1)

23.4.4 Reagentes

Solução padrão de KCl e NaCl (0,1 cmol/L) - pesar 0,0746 g de KCl e 0,0585 g de NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl 0,05 mol L⁻¹ até completar o volume de 1 litro.

Solução padrão de K^+ e Na^+ - pipetar para balões aferidos de 500,00 mL as seguintes quantidades da solução anterior: 50, 100, 150 e 200 mL; completar o volume com solução de HCl 0,05 mol L⁻¹; transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol/L respectivamente.

Passar essas 4 soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,02 cmol/L de K^+ ou Na^+ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro.

Traçar o gráfico leitura x concentração e determinar o fator f_k .

Solução padrão de sódio - ver item 4.3.5.4.

23.4.5 Equipamento

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Fotômetro de chama.

Bibliografia:

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A.; ATTOE, O. J.; MOSKAL, S.; TRUOG, E. A Chemical method for determining available soil nitrogen. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 7., 1960, Madison. **Transactions**. Groningen: International Society of Soil Science, [1960]. p. 28-35.

23.4.6 Relação de adsorção de sódio (RAS)

Calculado em função dos teores de Na, Ca e Mg^{+} no extrato de saturação:

onde

Na, Ca e Mg são concentrações expressas em cmol_c/L.

$$RAS = \frac{Na}{\sqrt{(0,5 \times (Ca + Mg))}}$$

23.5 Ânions solúveis

Determinações dos carbonatos, bicarbonatos, cloretos e sulfatos.

23.5.1 Carbonatos

23.5.1.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H_2SO_4 em presença da fenolftaleína como indicador.

23.5.1.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 10 a 25 mL do extrato de saturação e colocar em erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 3 gotas de fenolftaleína e titular com solução de H_2SO_4 0,0125 mol L^{-1} , preferivelmente contida em microbureta de 10 mL.
- Anotar o número de mL gastos; caso a extração não apresente coloração vermelha com a fenolftaleína, o valor de CO_3^{2-} é nulo.

Observação:

A titulação deve ser feita em local bem iluminado (luz fluorescente), sendo o erlenmeyer colocado sobre azulejo branco; uma mesma quantidade de água deve ser colocada em um erlenmeyer, assim como o mesmo número de gotas do indicador, para comparação com a amostra; esta mesma alíquota é usada para determinação dos bicarbonatos.

23.5.1.3 Cálculo

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{cmol/L}) = \frac{\text{mL de ácido gasto} \times 5}{\text{mL da alíquota}}$$

23.5.1.4 Reagentes

Solução de fenolftaleína a 1% - dissolver 1 g de fenolftaleína em 100 mL de álcool etílico a 60%.

Ácido sulfúrico 0,0125 mol L⁻¹ - preparar a partir de solução 1 mol L⁻¹ de H₂SO₄.

Bibliografia:

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

23.5.2 Bicarbonatos

23.5.2.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H₂SO₄ no extrato após determinação do carbonato em presença de vermelho de metila como indicador.

23.5.2.2 Procedimento

- Após a titulação dos carbonatos, adicionar 3 gotas do indicador metil-orange e continuar a adição do ácido sulfúrico 0,0125 mol L⁻¹ contido na bureta, até viragem da cor rósea para alaranjada.
- Utilizar uma prova em branco, ou seja, o total usado com a fenolftaleína e com o metil-orange.

23.5.2.3 Cálculo

$$\text{HCO}_3^- \text{ (cmol/L)} = \frac{(a - b \times 2) \times 5}{c}$$

a = mL de ácido gastos

b = mL gastos com fenolftaleína

c = mL da alíquota de extrato = cmol/L de HCO₃⁻ no extrato

Observação:

Esta mesma alíquota pode ser usada para determinação dos cloretos.

23.5.2.4 Reagentes

Indicador metil-orange 0,01% - pesar 0,01 g do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 mL.

Solução de H_2SO_4 0,0125 mol L^{-1} - preparada a partir de solução 1 mol L^{-1} do ácido.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Richards (1954).

23.5.3 Cloretos**23.5.3.1 Princípio**

Determinação volumétrica com $AgNO_3$ em presença de $K_2Cr_2O_4$ como indicador.

23.5.3.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 1 a 25 mL, do extrato de saturação; dependendo do teor salino da amostra, colocar em cápsula de porcelana de 150 mL e diluir para volume de 25 mL.
- Adicionar 5 gotas de cromato de potássio e agitar bem com bastão de vidro.
- Titular com solução de $AgNO_3$ 0,05 mol L^{-1} até a formação de coloração vermelha persistente.

23.5.3.3 Cálculo

$$Cl^{-} \text{ (cmol/L)} = \frac{(a - b) \times 5}{c}$$

a = mL de $AgNO_3$ gastos

b = mL na prova em branco

c = mL da alíquota

Observação:

Empregar microbureta âmbar de 10 mL. A titulação não deve ir além dos 12 mL de AgNO_3 , sendo feitas as diluições necessárias para que fique numa faixa de 2 a 8 mL. Paralelamente deve ser feita uma prova em branco com o cromato de potássio para verificação de viragem e do volume de AgNO_3 gasto, o qual participará do cálculo.

Para determinação de cloretos em baixas ou altas concentrações, o método complexiométrico do nitrato mercúrico em meio ácido através da formação do complexo azul/violeta Hg-difenilcarbazona é considerado excelente.

23.5.3.4 Reagentes

Solução de cromato de potássio 5% - pesar 5 g do K_2CrO_4 e dissolver em 50 mL de água destilada; adicionar gota a gota solução de AgNO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$, até formação de precipitado permanente; filtrar e diluir para 100 mL.

Solução de nitrato de prata $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ - pesar exatamente 8,495 g de AgNO_3 puro e dissolver em água destilada contida em balão aferido de 1 litro, agitar e completar o volume; guardar em vidro escuro.

Bibliografia:

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

SCHALES, O.; SCHALES, S. S. A simple and accurate method for the determination of chloride in biological fluids. **Journal of Biological Chemistry**, Bethesda, v. 140, p. 879-884, 1941.

23.5.4 Sulfatos

23.5.4.1 Princípio

Precipitação do sulfato com BaCl₂ e determinação gravimétrica.

23.5.4.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 25 mL do extrato de saturação, colocar em bécher de 250 mL e adicionar 100 mL de água.
- Juntar 3 gotas de metil-orange e 1 mL de ácido clorídrico concentrado.
- Colocar em placa elétrica e, quando se iniciar a ebulição, adicionar a solução de cloreto de bário até ligeiro excesso, agitando com bastão de vidro, energeticamente, para formação do precipitado.
- Colocar em banho-maria até reduzir o volume para aproximadamente 50 mL.
- Deixar esfriar e filtrar em papel de filtro sem cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação pelo nitrato de prata.
- Colocar o papel de filtro, dobrado, em cadinho de porcelana recém-pesado, levar para forno mufla de calcinar até temperatura de 750°C.
- Deixar esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g.

23.5.4.3 Cálculo

$$\text{SO}_4^{-2} \text{ (cmol/L)} = \frac{a \times 856,82}{b}$$

a = peso do BaSO₄ em mg

b = mL da alíquota

Observação:

Outros métodos podem ser empregados para determinação dos sulfatos, especialmente quando os teores destes íons são baixos, entretanto este método é considerado como o mais preciso.

23.5.4.4 Reagentes

Solução de BaCl₂ a 10% - pesar 100 g de BaCl₂ · 2H₂O, dissolver em água e completar o volume para 1 litro.

Indicador metil-orange 0,1% - dissolver 0,1 g do indicador em 100 mL de água.

Bibliografia:

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (Washington, D.C.). **Official methods of the Association of Agricultural Chemists**. 11. ed. Washington, 1970. 1.015 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

NELSON, R. E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 34, p. 343-345, 1970.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

SEARLE, P. L. Measurement of adsorbed sulphate in soils-effect of varying soil extractant ratios and methods of measurement. **New Zealand Journal of Agricultural Research**, Wellington, v. 22, 287-290, 1979.

EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO

24.1 Princípio

Ataque da amostra com excesso de solução padrão de HCl e titulação do excesso de ácido com solução de NaOH padrão. A diferença entre os cmol/L adicionados e os titulados representa o percentual de CaCO_3 na amostra.

24.2 Procedimento

- Pesar 5 a 25g de solo, colocar em cápsula de porcelana de 200 mL e adicionar 50 mL de HCl $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ por meio de pipeta.
- Aquecer por 5 minutos ou colocar em banho-maria durante 15 minutos.
- Deixar esfriar, adicionar um pouco de água e 3 gotas de fenolftaleína.
- Titular com solução de NaOH $0,25 \text{ mol L}^{-1}$.

Observação:

A quantidade de amostra a pesar é definida em função do grau de efervescência que a amostra apresenta quando é umedecida com HCl 30%. A reação pode ser fraca, moderada ou forte.

Caso haja dificuldade na titulação da solução com a amostra de solo, filtrar, lavar e proceder à titulação no total ou numa alíquota. Esta determinação inclui também outros carbonatos.

24.3 Cálculo

$$\text{CaCO}_3 \text{ (g/kg)} = \frac{(\text{ax}^2 - \text{b}) \times 12,5}{\text{P}}$$

a = ml de HCl 0,5 mol L⁻¹

b = ml de NaOH 0,25 mol L⁻¹

p = solo em gramas

24.4 Reagentes

Solução de HCl 0,5 mol L⁻¹ (padronizada) - preparar a partir de solução molar do ácido.

Solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹ - preparar a partir de solução molar de NaOH e determinar sua molaridade exata com o ácido.

Fenolftaleína 1% - dissolver 1 g do indicador em 100 mL de álcool etílico 95%.

24.5 Equipamento

Bureta digital.

Bibliografia:

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (Washington, D.C.). **Official methods of the Association of Agricultural Chemists.** 11. ed. Washington, 1970. 1.015 p.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 271p.

METSON, A. J. **Methods of chemical analysis for soil survey samples.** Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1956. 208 p. (Bulletin, 12).

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils.** Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

NECESSIDADE DE GESSO

25.1 Princípio

Quantidade de gesso necessária para proporcionar condições adequadas de recuperação e uso de solos salinos. Determina-se dosando-se o $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ no extrato resultante do equilíbrio do solo com solução saturada de CaSO_4 , subtraindo-se esse valor do valor de Ca^{++} titulados na solução de CaSO_4 .

25.2 Procedimento

- Colocar 5 g de solo em erlenmeyer de 150 mL e adicionar, com auxílio de pipeta, 100 mL de solução saturada de sulfato de cálcio.
- Fechar o erlenmeyer e agitar várias vezes ou utilizar agitador circular durante 5 minutos.
- Filtrar e pipetar alíquota do filtrado claro e dosar o Ca^{++} e o Mg^{++} pelo EAA.
- Calcular a concentração do Ca^{++} e do Mg^{++} em cmol_e/L .

25.3 Cálculo

$$\text{Gesso (cmol/kg)} = (a - b) \times 2$$

a = Ca^{++} em cmol_e/L na solução de CaSO_4

b = $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ em cmol_e/L na amostra

25.4 Reagente

Solução saturada de sulfato de cálcio - pesar 5 g do $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, colocar em garrafa contendo um litro de água. Agitar várias vezes ou utilizar agitador circular durante 10 minutos. Filtrar e pipetar 5 mL

do filtrado límpido; dosar o cálcio nessa alíquota e calcular a concentração desse íon em cmol_e/L , que deve ser da ordem de $28 \text{ cmol}_e/\text{L Ca}^{++}$.

25.5 Equipamento

Agitador mecânico circular.

Bureta digital.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

ENXOFRE

26.1 Princípio

Ataque da amostra com HCl 1:1, precipitação com BaCl_2 , calcinação do BaSO_4 e determinação gravimétrica do precipitado. Esta determinação aliada ao baixo pH serve de referência para a caracterização de solos tiomórficos.

26.2 Procedimento

- Pesar 10 g de solo e colocar em erlenmeyer de 500 mL.
- Adicionar 50 mL de HCl 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação.
- Deixar esfriar, adicionar 50 mL de água destilada e filtrar para balão aferido de 250 mL, completando o volume.
- Pipetar 50 mL do extrato obtido para bécher de 250 mL e adicionar 10 gotas de HNO_3 concentrado.
- Aquecer o extrato até início de ebulição, adicionando em seguida, gota a gota, 10 mL de solução de BaCl_2 10%, agitando com bastão de vidro até completa precipitação do sulfato (SO_4^{2-}).
- Filtrar em papel de filtro isento de cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação com AgNO_3 5%.
- Colocar o precipitado retido no papel de filtro, bem dobrado, em cadinho de platina ou porcelana recém-tratado, levar para forno mufla e calcinar até temperatura de 750°C (rubro).
- Deixar esfriar em dessecador contendo sílica-gel ou CaCl_2 sólido e pesar com aproximação de 0,0001 g.

Observação:

O ataque clorídrico 1:1 é empregado no Laboratório de Análise de Água, Solo e Planta (LASP) da Embrapa Solos em lugar da fusão do solo com Na_2CO_3 por se tratar de método mais simples e equivalente a este.

26.3 Cálculo

$$S \text{ (g/kg)} = p \times 68,65$$

p = peso do precipitado (BaSO_4) em g

68,65 = fator de conversão de sulfato para enxofre

26.4 Reagentes

Solução de HCl 1:1 - medir 500 mL de HCl concentrado em proveta graduada e completar o volume a 1L com água.

Solução de BaCl_2 10% - pesar 100 g do sal e dissolver em 1 L de água.

Solução de AgNO_3 5% - pesar 5 g do sal e dissolver em 100 mL de água.

26.5 Equipamento

Forno mufla com termostato e regulagem de temperatura até 1.200°C.

Bibliografia:

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (Washington, D.C.). **Official methods of the Association of Agricultural Chemists.** 11. ed. Washington, 1970. 1.015 p.

BOWER, C. A.; WILCOX, L.V. Soluble salts. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1965. v. 2, p. 933-951. (Agronomy, 9).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

NELSON, R. E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 34, p. 343-345, 1970.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

SEARLE, P. L. Measurement of adsorbed sulphate in soils-effect of varying soil extractant ratios and methods of measurement. **New Zealand Journal of Agricultural Research**, Wellington, v. 22, 287-290, 1979.

MICROELEMENTOS

27.1 Princípio

Extração dos microelementos através de solução quelante (DTPA) ou solução mista de ácidos. A determinação dos elementos é feita por espectrofotometria de absorção atômica.

27.2 Procedimento

Duas técnicas de extração são descritas sucessivamente.

27.2.1 Método DTPA

- Pesar 10g de solo e colocar em erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 20 mL da solução extratora DTPA.
- Agitar por 2 h em agitador mecânico e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado determinar os micronutrientes por espectrofotometria de absorção atômica.

27.2.2 Método de Mehlich modificado

- Pesar 10 g de solo e colocar em erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 50 mL de solução extratora de Mehlich.
- Agitar por 5 minutos em agitador mecânico e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado determinar os micronutrientes por espectrofotometria de absorção atômica.

27.3 Reagentes

Solução extratora DTPA - pesar 14,92 g de TEA, 1,967 g de DTPA e 1,47 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ P.A. Colocar em balão volumétrico de 1 litro, contendo 900 mL de água. Dissolver, ajustar o pH até 3 com HCl 1 mol L⁻¹ e completar.

Soluções padrão Cu, Zn, Fe, Mn - diluir ampolas padronizadas conforme instruções, preparando padrões apropriados para cada elemento.

Solução extratora mista: HCl 0,05 mol L⁻¹ + H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹ - colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 500 mL de água, 4,0 mL de HCl p.a (d = 1,19) e 0,7 mL de H₂SO₄ p.a (d = 1,84). Completar o volume.

27.4 Equipamento

EAA.

Bibliografia:

ASSUMPÇÃO, J. C. **Comparação dos extratores EDTA, DTPA e acetato de amônio NH₄OAc, com o extrator de Mehlich na determinação de micronutrientes em solos tropicais.** Rio de Janeiro: UFF, 1995. 110 p. Dissertação Mestrado.

BATAGLIA, O.C.; RAIJ, B van. Eficiência de extratores de micronutrientes na análise de solos. **Revista Brasileira de Ciência de Solo**, Campinas, v.13, p.205-210, 1989.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, 1979. 271p.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Development of DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 42, p.421-428, 1978.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Equilibrium relations hips of Zn ⁺², Fe⁺³, Ca⁺² and H⁺ with EDTA and DTPA in soils. **Soil Science Society of Amererica Journal**, Madison, v. 42, p. 421-428, 1969.

MATAR, A. E. Soil testing as a guide to fertilization in west Asia and North Africa (Wana) region. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 23, p. 2075-2085, 1992.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄.** Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. p. 195b. Mimeografado.

PECK, T. R. Soil testing: past, present and future. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 21, p. 1165-1186, 1990.

RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, Universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 25, n. 7/8, p. 799-816, 1994.

RAIJ, B. van; BATAGLIA, O.C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, C. P. **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fósforo, 1991. p. 333-335.

SIMS, J. T. Comparison of Mehlich 1 and Mehlich 3 extractants for P, K, Ca, Mg, Cu and Zn in Atlantic Coastal Plain Soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 20, p. 1707-1726, 1989.

FÓSFORO ASSIMILÁVEL

28.1 Princípio

Fração do teor total de fósforo no solo, correspondente ao teor utilizado pelas plantas. Formação de complexo fósforo-molibdico de cor azul obtido após redução do molibdato com ácido ascórbico e determinação por EAM.

28.2 Procedimento

- Colocar 5 g de solo em erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 50 mL de solução extratora ($\text{HCl } 0,05 \text{ mol L}^{-1}$ e $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 0,0125 \text{ mol L}^{-1}$).
- Agitar durante 5 minutos em agitador circular horizontal..
- Deixar decantar durante uma noite, tendo antes o cuidado de desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.
- Pipetar, sem filtrar, 25 mL do extrato e passar para recipiente plástico.
- Pipetar 5 mL desse extrato e colocar em erlenmeyer de 125 mL; deixar o restante para determinação de K^+ e Na^+ .
- Adicionar 10 mL de solução ácida de molibdato de amônio diluída e aproximadamente 30 mg de ácido ascórbico em pó, como redutor.
- Agitar durante 1 a 2 minutos no agitador circular horizontal.
- Deixar desenvolver a cor durante uma hora. Em seguida, fazer a leitura da densidade ótica no fotocolorímetro, usando filtro vermelho (comprimento de onda de $660 \text{ m}\mu$).

Observação:

No caso de a amostra possuir elevada concentração de fósforo, diluir a solução até que seja possível a leitura no aparelho; para maior

facilidade operacional, essa diluição pode ser feita adicionando-se quantidades iguais a 15 mL de água, ou seus múltiplos.

28.3 Cálculo

$$P \text{ (g/kg)} = L \times F_p \times 10$$

L = leitura da amostra

Determinação do fator F_p :

- colocar 10 mL de cada solução padrão diluída em erlenmeyers de 125 mL. Adicionar 20 mL da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma “pitada” de ácido ascórbico. Proceder da mesma forma indicada para a determinação do fósforo no extrato de solo; anotar as leituras (em absorvância) correspondentes a cada padrão. O fator F_p é o coeficiente angular da reta que se obtém, cruzando-se os valores de concentração de fósforo (mg/kg) dos padrões no eixo das abcissas e as respectivas leituras no eixo das ordenadas.

- para a obtenção direta da concentração de P (mg/kg) no solo, o fator F_p deve ser multiplicado por 10, considerando que a concentração de fósforo na amostra sofreu diluição de 1:10 na extração.

28.4 Reagentes

Soluções extratoras - HCl 0,05 mol L⁻¹ e H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹ - adicionar 40 mL de ácido clorídrico p.a. (d = 1,19) e 7,6 mL de ácido sulfúrico p.a. (d = 1,84) em aproximadamente 5 litros de água, contidos em balão aferido de 10 litros; agitar e completar o volume com água. Pode-se usar baldes plásticos previamente aferidos.

Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) - colocar 2 g de subcarbonato de bismuto em aproximadamente 250 mL de água contida em balão aferido de 1 litro; juntar, rapidamente, 150 mL de ácido sulfúrico concentrado p.a. Verificar se todo o sal de bismuto foi dissolvido. Deixar esfriar e adicionar solução recém-preparada de molibdato de amônio (20 g para 200 mL de água). Agitar e completar o volume com água.

Solução ácida de molibdato de amônio (diluída) - colocar 300 mL de solução concentrada em balão aferido de 1 litro e adicionar água até completar o volume. Homogeneizar e guardar em frasco escuro.

Solução padrão de fósforo (50 mg/L de P) - pesar 0,2195 g de KH_2PO_4 p.a., previamente seco em estufa a 105°C e dissolver em 3 mL de H_2SO_4 concentrado e completar o volume com água.

Soluções padrão de fósforo (diluídas) - pipetar 10, 20, 30 e 40 mL de solução padrão de 25 mg/L para balões aferidos de 250,00 mL e completar o volume com a solução extratora; as quatro soluções possuem concentrações de 0,5, 1 e 2 mg/L de P; guardar em frascos tampados, com indicação das concentrações nos rótulos.

28.5 Equipamento

EAM.

Bibliografia:

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH_4** . Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. p. 195b. Mimeografado.

RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, Universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 25, n. 7/8, p. 799-816, 1994.

RAIJ, B. van; BATAGLIA, O.C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, C. P. **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fósforo, 1991. p. 333-335.

SÁ JUNIOR, J. M. P.; ARAUJO, S. M. C. de.; GALVÃO, S. J.; VASCONCELLOS, A. L. de.; OLIVEIRA, E. S. C. Avaliação de métodos de análise química para fósforo disponível em solos da Zona Litoral-Mata de Pernambuco. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 9, p. 27-33, 1974.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

ATAQUE TRIÁCIDO

29.1 Princípio

Minerais e compostos orgânicos componentes do solo são totalmente solubilizados através da digestão com uma mistura ternária de ácidos fortes e concentrados ($\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$), liberando seus elementos constituintes posteriormente determinados por métodos complexiométricos ou espectrofotométricos (EAA, EAM).

29.2 Procedimento

- Pesar 1 g de solo e adicionar 2 mL de HNO_3 e 2 mL de HClO_4 . Usar bécher de teflon ou cadinho de Pt em banho de areia. Aquecer até evaporação completa. Deixar e esfriar.
- Adicionar 3 mL de HClO_4 e 5 mL de HF. Deixar em contato durante a noite; aquecer até evaporação completa, deixar esfriar.
- Repetir item acima.
- Adicionar 3 mL de HClO_4 . Aquecer até evaporação completa. Deixar esfriar.
- Dissolver e suspender o resíduo com 8 mL de água e 3 mL de HCl. Aquecer até que a solução fique límpida. Transferir para balões de 50 mL e colocar em estufa (70°C) durante a noite. Deixar esfriar e completar o volume.
- Determinar o Fe, Al e outros elementos por espectrofotometria de absorção atômica, preparando padrões apropriados para cada elemento.

29.3 Reagentes

HClO_4 concentrado.

HNO_3 concentrado.

HCl concentrado.

HF concentrado.

29.4 Equipamento

EAA.

Bibliografia:

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis: advanced course**. Madison: University of Wisconsin, 1974. 895 p.

HILLEBRAND, W. F.; LUNDELL, G. E.; BRIGHT, H. A.; HOFFMANN, J. I. **Applied inorganic analysis with special reference to the analysis of metals, minerals and rocks**. 2. ed. New York: J. Wiley, 1953.

MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R A. L.; DURIEZ, M. A. de M.; ARAÚJO, W. S. Teores de ferro na terra fina e na argila por ataques sulfúrico e triácido e extração pelo CBD. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Correlação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p. 68-79.

PRATT, P. F. Digestion with hydrofluoric and perchloric acids for total Potassium and Sodium. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison, 1965. part 2, p.1019-1021. (Agronomy, 9).

PRATT, P. F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 1, p. 104-106, 1966.

EXPRESSÃO DOS RESULTADOS ⁽¹⁾

Determinações	1ª edição (1979)	2ª edição* (1997)	3ª edição* (2011)	Precisão (casa decimal)
1 pH (água, KCl, CaCl ₂)	-	-	-	1
2 Carbono orgânico	g/100g	g/kg	g/kg	2
• Matéria orgânica	g/100g	g/kg	g/kg	2
3 Nitrogênio total	g/100g	g/kg	g/kg	2
4 Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e bases trocáveis	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Alumínio trocável	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Cálcio trocável	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Magnésio trocável	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Potássio trocável	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	2
• Sódio trocável	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	2
• Valor S (soma das bases)	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
5 Acidez	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
6 Hidrogênio extraível	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
7 Valor T	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
8 Valor V	%	%	%	0
9 Saturação com alumínio	%	%	%	0
10 Saturação com sódio	%	%	%	0
11 Troca compulsiva (CTC e CTA)	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	2
12 Ponto de carga zero	-	-	-	2
13 Ataque sulfúrico	-	-	-	-
14 Sílica	g/100g	g/kg	g/kg	1
15 Ferro no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	g/kg	1

16 Alumínio no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	g/kg	1
17 Titânio no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	g/kg	2
18 Manganês no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	g/kg	2
19 Fósforo no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	g/kg	2
20 Ki e Kr (terra fina)	-	-	-	2
21 Relação $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$	-	-	-	2
22 Ferro, alumínio, manganês e sílica livres	g/100g	g/kg	g/kg	2
23 Sais solúveis				
• Pasta saturada	%	%	%	0
• Condutividade elétrica	mmhos/cm/25 °C	mS/cm/25 °C	mS/cm/25 °C	1
• Cálcio	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Magnésio	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Sódio	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Potássio	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• RAS	-	-	-	-
• Carbonatos	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Bicarbonatos	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Cloretos	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
• Sulfatos	meq/l	cmol _c /kg	cmol _c /kg	1
24 CaCO_3 (equiv.)	g/100g	g/kg	g/kg	0
25 Necessidade de gesso	meq/100g	cmol _c /kg	cmol _c /kg	2
26 Enxofre	g/100g	g/kg	g/kg	2
27 Microelementos	ppm	mg/kg	mg/kg	0
28 Fósforo assimilável	ppm	mg/kg	mg/kg	0
29 Ataque triácido	g/100g	g/kg	g/kg	1

⁽¹⁾ Os resultados são expressos na terra fina seca em estufa (105°C).

BIBLIOGRAFIA

ANASTÁCIO, M. L. A. **Fixação do fósforo nos solos brasileiros**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1968. 13 p. (Boletim Técnico, 4).

ANTUNES, F. S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (Ki) dos solos**. Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).

ARAÚJO, W. A.; VIANA, O.; ILCHENKO, W.; VIANA, S.L. Contribuição ao estudo do húmus brasileiro. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.271-291.

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (Washington, D.C.). **Official methods of the Association of Agricultural Chemists**. 11. ed. Washington, 1970. 1.015 p.

ASSUMPÇÃO, J. C. **Comparação dos extratores EDTA, DTPA e acetato de amônio NH₄OAc, com o extrator de Mehlich na determinação de micronutrientes em solos tropicais**. Rio de Janeiro: UFF, 1995. 110 p. Dissertação Mestrado.

BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável: capacidade da dupla camada elétrica**. Itaguaí: UFRRJ, 1986. 273 p. Tese Doutorado.

BASCOMB, C. L. Distribution of pyrophosphate - extractable iron and organic carbon in soils of various groups. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.19, p.251-268, 1968.

BASCOMB, C. L. Rapid method for the determination of cation exchange capacity of calcareous and non-calcareous soils. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Essex, v.15, p.821-823, 1964.

BATAGLIA, O.C.; RAIJ, B van. Eficiência de extratores de micronutrientes na análise de solos. **Revista Brasileira de Ciência de Solo**, Campinas, v.13, p.205-210, 1989.

BATAGLIA, O. C.; FURLANI, A. M. C.; TEIXEIRA, J. P. F.; FURLAM, P. R.; GALLO, J. R. **Métodos de análise química de plantas**. Campinas: IAC, 1983. 48 p. (IAC. Boletim Técnico, 78).

BENNEMA, J. Oxissolos brasileiros. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p. 7-35.

BEZERRA, G.E. **Cátions trocáveis em solos do Nordeste, determinações e comparação de métodos**. Fortaleza: DNOCS, 1974. (Boletim Técnico, 32).

BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2 v. (Agronomy, 9).

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).

BOWER, C. A.; WILCOX, L.V. Soluble salts. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. v. 2, p. 933-951. (Agronomy, 9).

BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. **Métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (IQA. Boletim Técnico, 11).

BREMNER, J. M. Determination of nitrogen in soil by the kjeldahl method. **Journal of Agricultural Science**, Cambridge (Grã-Bretanha), v. 55, p.11-33, 1960.

CAMARGO, M. N. Incidência de alumínio permutável nos solos e proporção de ocorrência em diversas regiões do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p. 603-613.

CASTRO, A. F. de; ANASTÁCIO, M. L. A.; BARRETO, W. O. de. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 7, p.75-80, 1972a.

CASTRO, A. F. de; BARRETO, W. de. O.; ANASTACIO, M.L.A Correlação entre pH e saturação de bases de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 7, p.9-17, 1972b.

CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. **Bragantia**, Campinas, v..6, p.147-164, 1946.

CATTANI, R. A.; KUPPER, A. As formas “trocável e fixa” dos cátions K^+ e Mg^{++} nos solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v.9, p.185-92, 1949.

DANTAS, H. S. da. **Complexo sortivo dos principais solos de Pernambuco**. Recife: IPEANE, 1967. 106p.

DANTAS, M. S. de. **Determinação dos cátions permutáveis em solos contendo sais solúveis**. Recife: Instituto Agrônomo do Nordeste, 1961. (IAN. Boletim Técnico, 15).

DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (IQA. Boletim Técnico, 3).

DEPARTAMENTO NACIONAL DE OBRAS CONTRA AS SECAS (Fortaleza, CE). **Métodos de análise adotados no Instituto José Augusto Trindade, São Gonçalo, PB**. Fortaleza, 1950. Mimeografado.

DONAHUE, R. L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151 p.

DURIEZ, M. A. de M. **Método rápido para determinação complexiométrica do ferro e alumínio em solos**. Rio de Janeiro: PUC, 1974. 43 p. Dissertação Mestrado.

DURIEZ, M. A. de M.; JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W. de O. **Acidez extraível do solo: comparação entre as metodologias internacional e do Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (SNLCS)**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982a. 10 p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 10).

DURIEZ, M. A. de M., JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do Ki e Kr na terra fina**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982b. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).

DURIEZ, M. A. de M.; JOHAS, R. A. L. Alumínio trocável em solos; determinações espectrofotométricas pelo alaranjado de xilenol. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 18., 1981, Salvador. **Programa e resumos**. [S.l.]: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1981. p. 25.

DURIEZ, M. A. de M.; MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R. A. L.; ARAÚJO, W. S. Apparent ECEC in some Brazilian soils and variable charges determined using three different extractors. In: INTERNATIONAL SOIL CLASSIFICATION WORKSHOP, 8., 1986, Rio de Janeiro. **Proceedings...** Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS/USDA/University of Puerto Rico, 1988. p. 49-55. Part 1: papers.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.

ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service. Soil Survey Laboratory Staff. **Soil survey laboratory methods manual**. Washington, 1992. (USDA. Soil Survey Investigation Report, 42).

FASSBENDER, H. W. **Química de suelos con enfase en suelos de América Latina**. Turrialba: IICA, 1975. 398 p.

FEIGENBAUM, S.; HAGIN, J. Evaluation of methods for determining available soil based on potassium on uptake by plants. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 18, p.197-203, 1967.

FRANZMEIER, D. P.; HAJEK, B. F.; SIMONSON, C. H. Use of amorphous material to identify spodic horizons. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p.737-743, 1965.

FRATTINI, C. T. A.; KALCKAMN, R. E. Correlação entre alguns métodos de determinação do carbono. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 2, p. 259-261, 1967.

FREITAS, G. C. Do fósforo na terra e sua dosagem. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 109-144.

FREITAS, L. M. M.; PRATT, P. F.; VETTORI, L. Testes rápidos para estimar as necessidades de calcário de alguns solos de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 3, p.159-164, 1968.

GILLMAN, G. P. A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.17, n. 1, p.129-139, 1979.

GILLMAN, G. P.; BELL, L. C. Soil solution studies on weathered soils from tropical North Queens land. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v. 16, n.1, p. 66-77, 1978.

GILLMAN, G. P.; BRUCE, R. C.; DAVEY, B. G.; KIMBLE, J. M.; SEARLE, P. L.; SKJEMSTAB, J. O. A comparison of methods used for determination of cation exchange capacity. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 14, n. 11, p. 1005-1015, 1983.

GILLMAN, G. P.; FOX, R. L. Increases in the cation exchange capacity of variable charges soils following superphosphate applications. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 14, n. 5, p. 934-938, 1980.

GUIMARÃES, G. A.; BASTOS, J. B.; LOPES, E. C. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém: Instituto de Pesquisa Agropecuária do Norte, 1970. 108 p. (IPEAN. Boletim Técnico, 1).

HADDAD, K. S.; J. C. EVANS. Assentment of chemical methods for extracting zinc, manganese copper and iron from New South Wales Soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 24, p. 29-44, 1993.

HILLEBRAND, W. F.; LUNDELL, G. E.; BRIGHT, H. A.; HOFFMANN, J. I. **Applied inorganic analysis with special refence to the analysis of metals, minerals and rocks**. 2. ed. New York: J. Wiley, 1953.

HOLMGREN, G.G.S. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 31, p. 210-211, 1967.

HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32 p. (Publicação, 151-1A).

ILCHENKO, V.; MENDES, J. F. Algumas modificações no processo de Truog-Drosdoff para a determinação de SiO_2 , Al_2O_3 livres nos colóides do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p. 103-108.

ILCHENKO, V.; SEILER, F. S. S.; MENDES, J. F. Estudos sobre o manganês em alguns solos de Minas Gerais. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p.93-102.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis: advanced course**. Madison: University of Wisconsin, 1974. 895 p.

JUO, A.S.R. **Selected methods for soil and plant analysis**. Ibadan: International Institute of Agriculture, 1978. 52 p.

JUO, A. S. R.; AYANLAJA, S. A.; OGUNWALE, J. A. An evaluation of cation exchange capacity measurements for soils in the tropics. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 7, p. 751-61, 1976.

KAMPRATH, E. J. Exchangeable aluminium as a criterion from liming leached mineral soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 34, p. 252-254, 1970.

KASTER, G.; POETSCH, E. Comparação entre agitação e percolação na extração de permutáveis. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p. 183-187.

KEHRIG, A.G. **As relações Ki e Kr no solo**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 67 p. (IQA. Boletim Técnico, 13).

KEHRIG, A. G.; AGUIAR, H. A. de. **Determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na terra fina e complexo coloidal**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (IQA. Boletim Técnico, 12).

KEHRIG, A. G.; SETTE, M. E. **Determinação do Al₂O₃ na terra fina**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1952. 29p. (IQA. Boletim Técnico, 26).

KILMER, V. J. The estimation of free iron oxides in soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 24, p. 420-421, 1960.

KOLTOFF, I. M.; SANDELL, E. B. **Textbook of quantitative inorganic analysis**. New York: MacMillan, 1949. 794 p.

LEAL, J. R.; BARRETO, W. de O. Ponto de carga zero de um horizonte dos Latossolos examinados pela III Reunião de Classificação e Correlação de Solos-SNLCS. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p.135-137.

LIN, C.; COLEMAN, N. T. The measurement of exchangeable aluminium in soil and clays. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p.374-378, 1965.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Development of DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 42, p.421-428, 1978.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Equilibrium relations hips of Zn^{+2} , Fe^{+3} , Ca^{+2} and H^{+} with EDTA and DTPA in soils. **Soil Science Society of Amererica Journal**, Madison, v. 42, p. 421-428, 1969.

LOPES, H. D. S. Ensaio sobre determinação do alumínio dos solos com crestamento. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p. 105-110.

LOVEDAY, J. (Ed.). **Methods for analysis of irrigated soils**. Camberra: CSIRO-Division of Soils, 1974. 208 p. (CSIRO. Technical Communication, 54).

McKEAGUE, J. A.; J. H. DAY. Dithionite and oxalate extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. **Canadian Journal of Soil Scince**, Ottawa, v. 46, p.13-32, 1966.

McLEAN, E. O.; HEDLESON, M. R.; BARTLETT, R. J.; HOLOWAYCHUK, D. R. Aluminium in soils: I. Extraction methods and magnitud clays in Ohio soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 22, n. 5, p.382-387, 1958.

MARQUES, B. H. R. **Determinação colorimétrica do fósforo total em solos pelo método de redução pelo ácido ascórbico a frio**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1961. 31p. (IQA. Boletim Técnico, 61).

MARQUES, B. H. R. A propósito da determinação do fósforo assimilável no solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 281-7.

MATAR, A. E. Soil testing as a guide to fertilization in west Asia and North Africa (Wana) region. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 23, p. 2075-2085, 1992.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄**. Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. p. 195b. Mimeografado.

MEHRA, O. P.; JACKSON, M. L. Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 7. **Proceedings**. New York: Pergamon, 1960. p.317-327.

MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R A. L.; DURIEZ, M. A. de M.; ARAÚJO, W. S. Teores de ferro na terra fina e na argila por ataques sulfúrico e triácido e extração pelo CBD. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Correlação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p. 68-79.

METSON, A. J. **Methods of chemical analysis for soil survey samples**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1956. 208 p. (Bulletin, 12).

MOHR, W. Análise de solos para fins de assistência aos agricultores. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.185-215.

MOHR, W.; CARVALHO, M.C. Contribuição para o conhecimento de combinações de fósforo nos solos do Rio Grande do Sul. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.131-143.

MORRISON, I. R.; WILSON, A. L. The absorptiometric determination of silicon in water: formulation stability and reduction of molybdosilics acids; part. 1. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v. 88, p. 88-99, 1963a.

MORRISON, I. R.; WILSON, A. L. Methods for determining "reactive" silicon in powerstation water. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v. 88, p.100-04, 1963b.

NELSON, R. E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 34, p. 343-345, 1970.

OLMOS ITURRI LARACH, J.; CAMARGO, M.N. Ocorrência de alumínio tóxico nos solos do Brasil; sua caracterização e distribuição. **Ciência e Cultura**, São Paulo, v. 28, n. 2, p.171-180, 1976.

PAIVA NETTO, J. E.; CATTANI, R. A.; KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.79-108.

PECK, T. R. Soil testing: past, present and future. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 21, p. 1165-1186, 1990.

PEECH, M. Hydrogen-Ion Activity. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965a. part 2, p. 914-926. (Agronomy, 9).

PEECH, M. Lime requirement. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965b. part 2, p. 927-932. (Agronomy, 9).

PEECH, M.; ALEXANDER, L. T., DEAN, L. A.; REED, J. F. **Methods of soil analysis for soil fertility investigations**. Washington: USDA, 1947. 25p.

PEECH, M.; COWAN, R. L.; BAKER, J. H. A critical study of the BaCl₂ - Trietanolamina and the amonium acetate methods for determining the hydrogen content of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 26, p. 37-40, 1962.

PERRAUD, E.; AGUIAR, A. C.; MUNIZ, E. M. **Métodos de análise utilizados no laboratório de Pedologia do Instituto de Geociência da UFBA, Salvador**. Salvador: UFBA, 1976. Mimeografado.

PRATT, P. F. Digestion with hydrofluoric and percholoric acids for total Potassium and Sodium. In: In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison, 1965. part 2, p.1019-1021. (Agronomy, 9).

PRATT, P. F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 1, p. 104-106, 1966.

RAMOS, F.; KEHRIG, A. G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160 p. (Handbook, 60).

RICHARDS, L. A.; ATTOE, O. J.; MOSKAL, S.; TRUOG, E. A Chemical method for determining available soil nitrogen. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 7., 1960, Madison. **Transactions**. Groningen: International Society of Soil Science, [1960]. p. 28-35.

RAIJ, B. van. A capacidade de troca de cátions das frações orgânicas e mineral em solos. **Bragantia**, Campinas, v.28, p.85-112, 1969.

RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, Universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 25, n. 7/8, p. 799-816, 1994.

RAIJ, B. van. Seleção de métodos de laboratório para avaliar a disponibilidade de fósforo em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.2, p.1-9, 1978.

RAIJ, B. van; BATAGLIA, O.C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, C. P. **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fosfato, 1991. p. 333-335.

RAIJ, B. van; PEECH, M. Electrochemical properties of some oxisols and alfisols of the tropics. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 36, n. 4, p. 587-593, 1972.

RAIJ, B. van; VALLADARES, J.M.A.S. **Análise dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1979. 23 p. (IAC. Boletim Técnico, 16).

SÁ JUNIOR, J. M. P.; ARAUJO, S. M. C. de.; GALVÃO, S. J.; VASCONCELLOS, A. L. de; OLIVEIRA, E. S. C. Avaliação de métodos de análise química para fósforo disponível em solos da Zona Litoral-Mata de Pernambuco. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v. 9, p. 27-33, 1974.

SCHALES. O.; SCHALES, S. S. A simple and accurate method for the determination of chloride in biological fluids. **Journal of Biological Chemistry**, Bethesda, v. 140, p. 879-884, 1941.

SCHOFIELD, R. K.; TAYLOR, A. W. Measurement of the activities of bases in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.6, p.137-146, 1955.

SCHOLLENBERGER, C. J. Determination of soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v. 59, p. 53-56, 1945.

SCHOLLENBERGER, C. J. A rapid approximate method for determining soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v. 24, p. 65-68, 1927.

SEARLE, P. L. Measurement of adsorbed sulphate in soils-effect of varying soil extractant ratios and methods of measurement. **New Zeland Journal of Agricultural Research**, Wellington, v. 22, 287-290, 1979.

SEILER, F. E. E.; ILCHENKO, V. O manganês na série dos cátions trocáveis do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p. 83-91.

SETZER, J. As características dos principais tipos de solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 1, n. 4, p. 255-359, 1941.

SHAW, W. M. Determination of exchangeable hydrogen and lime requirement of soils. **Journal of the Association of Official Agricultural Chemists**, Washington, v. 32, p. 437-452, 1949.

SHAW, W. M.; McINTIRE, W. H. Exchangeable hydrogen as determined by various procedures in relation to the soils capacity of calcite decomposition. **Journal of the Association Official Agricultural Chemists**, Washington, v. 34, p. 471-492, 1951.

SHERMAN, G. D.; KANEHIRO, Y. Titanium. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 2, p. 974-979. (Agronomy, 9).

SIMS, J. T. Comparison of Mehlich 1 and Mehlich 3 extractants for P, K, Ca, Mg, Cu and Zn in Atlantic Coastal Plain Soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 20, p. 1707-1726, 1989.

SIQUEIRA, C. **Eletroquímica de solos de carga variável: efeitos da matéria orgânica**. Itaguaí: UFRRJ, 1985. 113 p. Tese Doutorado.

STRAUSS, E. Determinação do fósforo assimilável em solos de Pernambuco. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 3., 1951, Recife. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 515-521.

STRICKLAND, J. D. The preparation and properties of silicomolibdydic acid. **Journal of the American Chemical Society**, Washington, v. 74, p. 862-872, 1972.

TUCKER, B. M.; BEATY, H. J. Exchangeable cations and cation exchange capacity. In: **METHODS for analysis of irrigated soils**. Slough: Commonwealth Agricultural Bureaux, 1974. (Technical Communication, 54).

UEHARA, G.; GILLMAN, G. **The mineralogy, chemistry and physics of tropical soils with variable charge clays**. Boulder: Westview, 1981. 170p. (Westview Tropical Agriculture Series, 4).

UEHARA, G.; VALLADARES, J. M. A. S. **Análises dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1974. 23 p. (IAC Boletim Técnico, 16).

VELLOSO, A. C. **Características de alguns solos sob vegetação de cerrado da região Amazônica**. Itaguaí: UFRRJ, 1976. 91 p. Tese Livre Docência.

VELLOSO, A. C.; LEAL, J. R.; SANTOS, G. A. Ponto de carga zero de Latossolos caulíníticos e Latossolos gibbsíticos sob cerrado. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO**, 16., 1977, São Luís. **Resumos dos trabalhos**. São Luís: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1977. p. 33.

VERDADE, F. C. da. Ação da água oxigenada sobre a matéria orgânica do solo. **Bragantia**, Campinas, v. 13, n. 24, p.287-295, 1954.

VERDADE, F. C. da. Influência da matéria orgânica na capacidade de troca de cátions do solo. **Bragantia**, Campinas, v. 15, p. 35-42, 1956.

VETTORI, L. **Determinação da necessidade de cal dos solos**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1948. 36 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L. Ki e Kr na terra fina e argila. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO**, 7., 1959, Piracicaba. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1971. p.35.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI, L.; FIGUEREDO, T. P. Sobre a determinação de SiO₂ em solos. In: **REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO**, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.145-154.

WADA, K. Allophane and imogolite. In: DIXON, J.B.; WEED S.B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2. ed. [S.l.]: Soil Science Society of America, 1989. p.1051-1087.

WALKLEY, A. A critical examination of a rapid method for determination, organic carbon in soils: effects of variations in digestion conditions and organic soils constituents. **Soil Science**, Baltimore, v. 63, p. 251-263, 1946.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of the degtyareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 37, p. 29-38, 1934.

YUAN, T. L. Determination of exchangeable hydrogen in soils by titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 88, n. 3, p.164-167, 1959.

Parte III

Análises Mineralógicas

CONFECÇÃO DE LÂMINAS DELGADAS DE SOLO

1.1 Princípios

Para o estudo microscópico do solo em estado natural, são preparadas lâminas delgadas com blocos de solo indeformados. Amostras de solo são em geral muito friáveis para poderem ser cortadas ou polidas sem que se faça uma estabilização pela impregnação com algum material endurecedor.

O material de impregnação deve possuir viscosidade baixa, ter mudança mínima de volume ao endurecer e não ser polar. Quando estabilizado, o material de impregnação deve ser duro à temperatura ambiente, incolor e isotrópico na secção delgada. As condições de impregnação não podem afetar o arrançamento interno dos constituintes, nem mudar-lhes as propriedades óticas. Após o endurecimento, o bloco de solo é cortado, polido e colado na lâmina de vidro, quando finalmente é desbastado até atingir espessura que possibilite sua análise ao microscópio petrográfico.

1.2 Procedimento

O método de preparação da lâmina deve ser tal que não altere as características naturais do solo, sendo portanto uma função da natureza da amostra e dos objetivos da análise. Materiais orgânicos ou solos minerais com argila de atividade alta devem ser mantidos úmidos, pois a secagem pode causar modificações drásticas em sua morfologia.

Preparações cujo objetivo seja a quantificação de espaço poroso devem também permanecer com os poros sempre preenchidos, seja qual for o material que constitui a amostra. Nesses casos, as amostras não devem ser secas e impregnadas, como no procedimento aqui descrito. A metodologia mais adequada para esses casos está descrita em Fitzpatrick (1984) e Langton e Lee (1965).

1.2.1 Embalagem e Identificação da Amostra

- Identificar a amostra, com as informações (perfil, horizonte, orientação, etc.), em papel colocado no fundo do recipiente de impregnação, com a face escrita para baixo. Usar grafite ou tinta permanente (tipo nanquim), para que não fique ilegível após a impregnação.

- Colocar cuidadosamente a amostra no recipiente de impregnação, sobre o papel de identificação.

Observação:

Se a amostra for coletada em caixa de Kubiena, retirar a tampa mas não retirar o aro.

1.2.2 Secagem da Amostra

- Colocar o recipiente de impregnação com a amostra em local arejado por 24 horas.

- Levar para estufa a 40°C por 48 horas.

1.2.3 Impregnação da Amostra

- Colocar o recipiente com a amostra dentro do dessecador, tomando cuidado de verificar se está bem localizada sob a saída de resina. Se o material for argiloso e consistente, pode-se retirar neste momento o aro da caixa de Kubiena.

- Colocar a tampa do dessecador, fechar a torneira da base do funil e abrir a válvula de vácuo.

- Preparar num bécher a mistura de resina, agitando bastante com o bastão. A quantidade de mistura deve ser suficiente para cobrir totalmente a amostra e ainda ter um excesso de 1 cm.

- Transferir a mistura para o funil. Ligar a bomba, fazendo vácuo no interior do dessecador, até a pressão atingir 0,1 mm. Fechar a válvula de vácuo. Abrir lentamente a torneira do funil, deixando a mistura impregnadora cair vagarosamente no recipiente da amostra, até que o nível fique 1 cm acima do topo da amostra (inicialmente a resina borbulha vigorosamente. Pode-se diminuir a velocidade do escoamento da mistura para controlar o borbulhamento). Fechar a torneira do funil.

- Desligar a bomba e desfazer o vácuo lentamente. Retirar o recipiente com a amostra e deixar à temperatura ambiente dentro da capela ou em local arejado, por 2 semanas (se necessário, na primeira semana deste período, à medida que o solvente da mistura impregnadora se evapora, adicionar mais mistura para evitar que a amostra fique exposta).
- Limpar o interior do dessecador com acetona, imediatamente após o uso.
- Levar o recipiente com a amostra à estufa a 40°C por 1 a 2 semanas, quando a amostra estará pronta para ser cortada e polida.

Observação:

O dessecador, ou máquina de impregnação, deve ser colocado na capela e o operador deve trabalhar com máscara e luvas de proteção.

O aumento ou a diminuição da quantidade de catalisador altera a velocidade de endurecimento da mistura. Para materiais muito argilosos, pode-se diminuir a quantidade de catalisador, tornando a mistura mais fluida por mais tempo, possibilitando maior sucesso na impregnação.

1.2.4 Montagem e Polimento da Amostra

- Utilizando a serra, retirar do bloco impregnado uma fatia de aproximadamente 5 mm de espessura.
- Polir uma das faces da fatia na máquina de polimento rotativo, usando esmeril de granulação 600.
- Lavar a face polida da fatia em água corrente, deixar secar e colar na lâmina de vidro com araldite transparente ultra-rápido. Colocar na prensa por 24 horas.
- Desbastar a fatia colada na máquina de polimento rotativo, usando carborundum de granulação 600, até esta atingir a espessura aproximada de 0,1mm (100 μ m).
- Dar o polimento final com carborundum de granulação 1.000 até obter uma lâmina de aproximadamente 30 μ m de espessura, o que se reconhece pela cor dos grãos de quartzo, que nessa espessura varia de branca a cinza-escura, quando observados em microscópio com os nicóis cruzados.

- Lavar a lâmina de solo, deixar secar e cobrir com lamínula de vidro, usando araldite transparente ultra-rápido (caso as dimensões da preparação permitam).

Observação:

A espessura final da preparação depende da natureza do material e do objetivo da análise. No caso de amostras muito arenosas ou de material cujo objetivo é observar estruturas frágeis de argila como os cutãs, é mais conveniente lâminas com um pouco mais de 30 μm de espessura. Em outros casos, é fundamental que a lâmina tenha menos de 30 μm de espessura, por exemplo, quando observações da anisotropia da fração argila (plasma) são um aspecto importante da análise.

1.3 Reagentes

Mistura de resina - resina (Polilyte T-208) + monômero de estireno na proporção de 1:1 + 2 gotas de catalisador para cada 100 mL de resina.

Catalisador - peroxol (peróxido de metil-etil-cetona).

Carborundum - granulação 600 e 1.000.

Observação:

A resina Polilyte T-208 tem a vantagem de ser transparente e assim permanecer ao longo do tempo. As resinas de poliéster não podem ser usadas para amostras que tenham como objetivo a análise ao microscópio eletrônico. Neste caso, utilizar resina epoxy.

1.4 Equipamento

Estufa com regulagem de temperatura.

Dessecador com funil acoplado (Figura 4) e bomba de vácuo ou máquina para impregnação.

Bomba de água.

Serra elétrica com disco de diamante.

Prensa.

Máquina de polimento rotativo.

Micrômetro.

Microscópio petrográfico.

Bibliografia:

FITZPATRICK, E. A. **Micromorphology of soils**. London: Chapman and Hall, 1984. 433 p.

LANGTON, J. E.; LEE, G. B. Preparation of thin sections from moist organic soil materials. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p. 221-223, 1965.

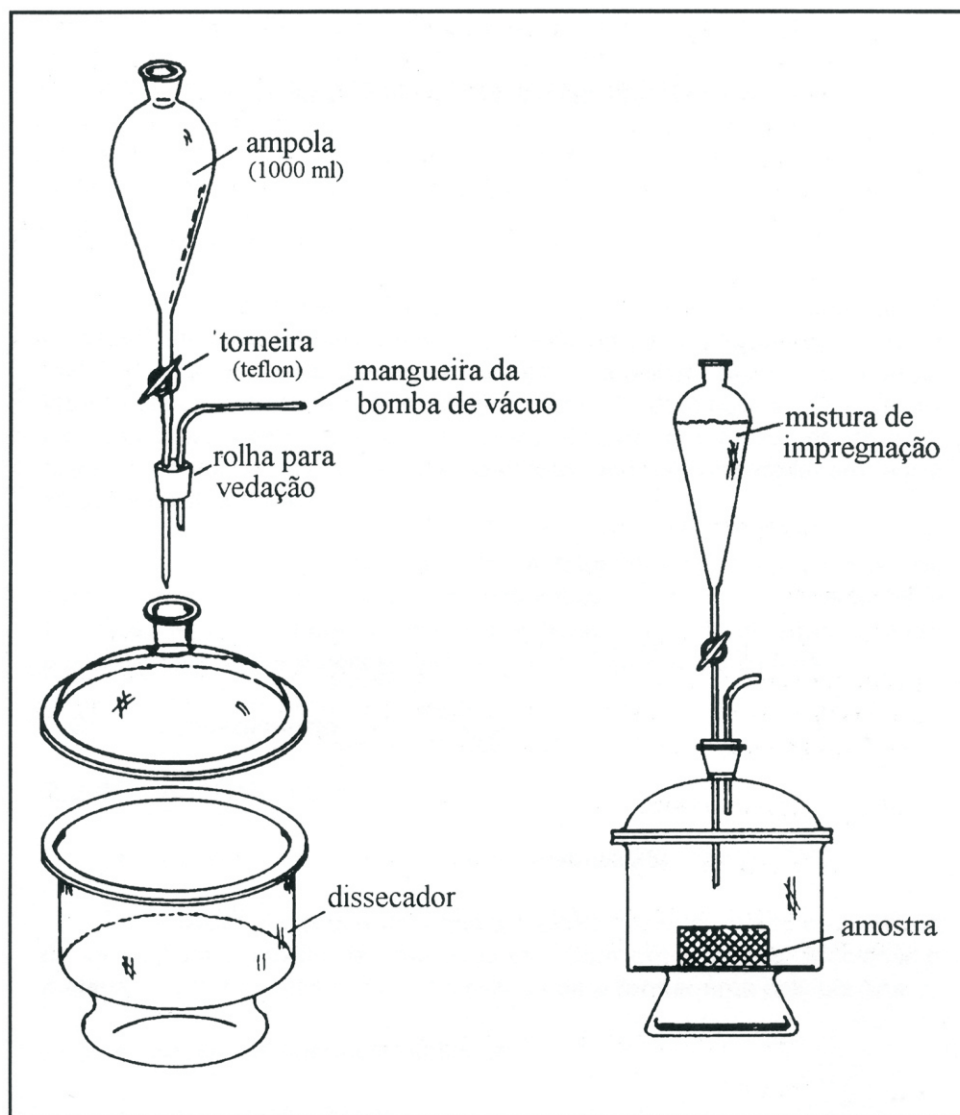


Figura 4 Dispositivo para impregnaçãode amostra de solos

DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

2.1 Princípios

A amostra de argila em estado pastoso ou em suspensão é colocada em lâmina de vidro sob a forma de uma fina película para que as lamelas dos minerais planares fiquem paralelas umas às outras, intensificando assim seus picos diagnósticos. A identificação de minerais não planares, como quartzo, feldspato, óxidos cristalinos de ferro e alumínio, pode ser feita na amostra seca, em pó, montada em porta amostra do tipo “janela”.

A identificação de argilominerais 2:1 é feita através das mudanças de comportamento do mineral ao ser submetido a tratamentos químicos e térmicos. A cada etapa, a amostra é levada ao difratômetro, quando possibilidades de identificação vão sendo confirmadas ou eliminadas.

2.2 Procedimento

2.2.1 Amostra orientada

- Separar a fração argila (Física - método 25).
- Colocar um pouco de argila em estado pastoso sobre uma lâmina de vidro, com o auxílio de uma espátula. Com outra lâmina, friccionar o material, quantas vezes forem necessárias para formar uma película fina.
- Secar à temperatura ambiente.
- Levar ao difratômetro.

Observação:

Se este primeiro difratograma mostrar reflexos superiores a 1,2 nm, proceder como descrito no item 2.2.3.

O fracionamento em argila grossa e fina, assim como uma separação mais precisa da argila total, é feito com o método da centrífuga.

Caso a quantidade de amostra seja muito pequena, preparar uma suspensão de argila em água destilada e gotejar a suspensão sobre a lâmina com o auxílio de uma seringa ou pipeta.

2.2.2 Amostra em pó (não orientada)

- Secar a amostra ao ar ou em estufa a 40°C.
- Preencher a janela com a amostra em pó, sem exercer pressão.
- Levar ao difratômetro.

Observação:

Se o porta amostra do difratômetro for vertical, colocar um pouco de cola plástica dentro da janela antes de preenchê-la com a amostra em pó. Esperar a cola secar um pouco antes de levar ao difratômetro.

2.2.3 Identificação de argilominerais 2:1

- Pesar cerca de 1 g de argila.
- Eliminar a matéria orgânica. Caso a amostra contenha menos de 1 % de C orgânico, esta etapa pode ser dispensada.
- Desferrificar a amostra (Química - método 22.1).
- Separar uma parte da amostra e preparar uma lâmina como descrito no item 2.1. Esperar secar e levar ao difratômetro.
- Dividir o restante da amostra em duas partes iguais. Submeter uma das partes à saturação com Mg e a outra à saturação com K.

a) Oxidação da matéria orgânica

- Pesar pequena quantidade de amostra contendo aproximadamente 2 g de argila em um bécher de 250 mL. Colocar em placa aquecedora.
- Umedecer a amostra com água e adicionar 1 mL ou mais, se necessário, de H₂O₂ 30%, até que a decomposição da matéria orgânica seja completa e o sobrenadante ficar claro. No caso de excessiva

efervescência, esfriar o bécher com água fria. Manter o bécher coberto com vidro de relógio.

- Deixar o bécher na placa aquecedora em fervura branda por aproximadamente 1h para remover o H_2O_2 . Acrescentar água, centrifugar e descartar o sobrenadante. Secar.

b) Tratamento com Magnésio

- Colocar a amostra em tubo de centrífuga de 100 mL.
- Adicionar 10 mL de solução de MgCl_2 1 mol L^{-1} .
- Deixar em contato por 12 horas.
- Centrifugar por 15 min.
- Descartar o sobrenadante e adicionar 10 mL de água destilada.
- Centrifugar por 15 min e descartar o sobrenadante.
- Repetir a operação de lavagem mais 2 vezes.
- Confeccionar a lâmina.
- Levar a lâmina Mg-saturada ao difratômetro.
- Colocar o etileno glicol em uma placa de petri no fundo do dessecador acoplado à bomba de vácuo.
- Colocar a lâmina Mg-saturada sobre a porcelana perfurada do dessecador e submetê-la à atmosfera de etileno glicol por 24 horas.
- Levar ao difratômetro.

c) Tratamento com Potássio

- Proceder como no tratamento com magnésio até o oitavo item, substituindo o MgCl_2 por KCl 1 mol L^{-1} .
- Levar a lâmina K-saturada ao difratômetro.
- Posteriormente aquecê-la a 110, 350 e 550°C em forno mufla por 2 horas, levando ao difratômetro após cada aquecimento.

2.3 Interpretação

Os difratogramas de raios-X mostram picos que correspondem aos valores (espaçamentos) dos minerais em nm(nanômetros) ou em Å(ângstrons), que são obtidos através da escala 2θ na base do difratograma. A identificação dos minerais é feita com a utilização das

fichas de dados de difração de JCPDS (Centro Internacional de Dados de Difração).

2.4 Reagentes

Etileno glicol

Solução de $MgCl_2$ 1 mol L^{-1} - dissolver 102 g do sal em água e elevar a 1 l.

Solução de KCl 1 mol L^{-1} - dissolver 74,5 g do sal em água e elevar a 1 l.

2.5 Material

Lâminas de vidro pequenas ($\pm 45 \times 25$ mm) para microscopia.

Espátula pequena.

Porta-amostra do tipo “janela”.

Almofariz de ágata

Vidros de relógio nas dimensões 50 mm, 120 mm e 180 mm

Termômetros com faixa de medição para até 150°C

Cola plástica.

2.6 Equipamento

Forno mufla.

Estufa graduada.

Dessecador com bomba de vácuo acoplada.

Difratômetro de raios-X.

Centrífuga de alta rotação.

Ultrassom de ponta.

Balança de precisão (3 casas decimais).

Desumidificadores.

Banho maria.

Placa aquecedora.

Bibliografia:

ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service.
Soil survey methods and procedures for collecting soil samples.
Washington, 1984. 63 p. (USDA. Soil Survey Investigation Report, 1.).

ANÁLISE MINERALÓGICA DE GRÃOS

3.1 Princípios

As frações calhaus (> 20 mm) e cascalho ($20 - 2$ mm) que compõem os fragmentos grosseiros do solo, são obtidos por separação granulométrica no laboratório de física (Física - método 1.2). São constituídas por grânulos minerais (isolados e/ou agregados), litofragmentos (fragmentos de rocha) e concreções. Incluem-se, apenas, na fração cascalho os restos orgânicos vegetais e/ou animais e carvão.

As frações areia grossa ($2 - 0,2$ mm) e areia fina ($0,2 - 0,05$ mm) de solos fazem parte da terra fina seca ao ar (TFSA), de acordo com a classificação textural brasileira, separadas por análise granulométrica (Física - métodos 1.16.1 e 2). São compostas por grânulos minerais (isolados e/ou agregados), concreções, litofragmentos, restos orgânicos vegetais e/ou animais e carvão.

Na caracterização mineralógica das espécies minerais, litofragmentos e concreções, tem-se empregado o microscópio estereoscópio (lupa), microscópio petrográfico e ocasionalmente difração de raios-X para os grânulos de natureza duvidosa ou alterada. Utilizam-se microtestes químicos para manganês e carbonatos quando presentes nos constituintes mineralógicos.

3.2 Procedimento

3.2.1 Exame sob lupa binocular

As amostras vêm do laboratório de física, com identificação do horizonte e fração granulométrica correspondente.

Para homogeneização do material, agita-se a amostra e, para a análise, coloca-se uma porção em placa de petri.

As concreções e minerais magnéticos, quando presentes na amostra, são afastados para um dos quadrantes da placa de petri com

auxílio de ímã, para não dificultar o exame dos outros componentes da amostra e facilitar o seu reconhecimento e a estimativa percentual.

A presença de óxidos de manganês e/ou carbonatos, na constituição e/ou recobrindo os minerais e outros componentes mineralógicos (concreções e litofragmentos), são detectados por meio de microtestes químicos. Basta adicionar algumas gotas de HCl a 10% (v/v) a frio sobre o material selecionado que apresentará reação de efervescência, se houver carbonatos presentes. O mesmo procedimento se aplica ao usar o peróxido de hidrogênio (H_2O_2) a frio, apresentando reação de efervescência na presença de óxidos de manganês.

Seleção dos grânulos minerais transparentes para exame em microscópio polarizante, quando estes não apresentarem evidências de alteração que impossibilite o seu reconhecimento.

No exame das concreções e litofragmentos são determinados cor, brilho, dureza, forma e natureza. Nas espécies minerais são verificadas cor, forma, clivagem, macla, fratura, dureza, morfoscopia e morfometria.

A estimativa semiquantitativa visual é efetuada por meio de quarteamento da amostra, em placa de petri com auxílio de uma espátula, e seleção de um dos quadrantes como referência para determinação percentual aproximada, dos constituintes mineralógicos. Usam-se também cartas ou ábacos de percentuais nesta avaliação.

3.2.2 Exame em microscópio petrográfico

- Seleção dos grãos examinados em lupa, com pinça e/ou estilete.
- Disposição dos grãos sobre uma lâmina.
- Adição de algumas gotas de água.
- Cobertura com uma lamínula.

Observação:

Existem várias restrições em não se empregar a metodologia padrão adotada em exame ótico dos minerais transparentes.

Remoção da matéria orgânica, carbonatos, sais solúveis e óxidos de ferro. Limitação: os restos orgânicos, principalmente dos horizontes superficiais, dificultam a análise semiquantitativa visual e a seleção das espécies minerais; as películas de material carbonatado, ferruginoso e manganoso que recobrem as espécies minerais e litofragmentos, impedem a sua identificação.

Separação densimétrica e magnética. Limitação causada pela presença de minerais, leves e pesados, na mesma amostra, incluindo opacos (magnéticos e não magnéticos), concreções e restos orgânicos que dificultam a seleção, identificação e estimativa percentual.

Uso de quarteadores. Limitação ao quarteamento manual aleatório e em quantidades variáveis de amostras; a homogeneização não é suficiente, principalmente, para os minerais leves (micas), pesados, concreções e restos orgânicos.

Montagem de lâminas. Limitação ao emprego de água na confecção de lâminas temporárias, porque apresentam a desvantagem de dissolver espécies minerais solúveis em água e restringir o procedimento das características óticas em exame em microscópio petrográfico.

Bibliografia:

PISSARA, J.B.; CARDOSO, J.C.; GARCIA, J.S. **Mineralogia dos solos de São Tomé e Príncipe**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1965. 144 p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 118).

PORTAS, C.A.M.; FURTADO, A.F.A.S. **Reserva mineral e minerais da areia de alguns solos da cela (Angola)**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1964. 123 p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 115).

BIBLIOGRAFIA

ALEIXANDRE, T.; PINILLA, A. Algunas modificaciones en las técnicas aplicadas al estudio mineralógico de fracciones gruesas o arenas. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 27, n. 7/8, p. 563-567, 1968.

DELGADO, M.; DORRONSORO, C.; GUARDIOLA, Y. L. Técnica de obtención y preparación de las arenas gruesas de suelos para su estudio óptico. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 31, n. 1/2, p. 143-150, 1972.

DORRONSORO, C. Empleo del microscópio petrográfico para la observación y micro fotografía de objetos tridimensionales. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 30, n. 9/10, p. 1005-1012, 1971.

ENGELHARDT, W.; FUCHTBAUER, H.; MULLER, G. Sedimentary petrology. In: MULLER, G. **Methods in sedimentary petrology**. Stuttgart: E. Schweizerbart'sche, 1967. part. 1, 283 p.

ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service. **Soil survey methods and procedures for collecting soil samples**. Washington, 1984. 63 p. (USDA. Soil Survey Investigation Report, 1.).

FITZPATRICK, E. A. **Micromorphology of soils**. London: Chapman and Hall, 1984. 433 p.

HOYOS, A.; GONZALES PARRA, J.; FERNANDEZ BERMEJO, M. C.; RUANO, S. Estudio de la fracción ligera de arenas en suelos con pequeño desarrollo. I. Tinción con hemateína. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 43, n. 1/2, p. 28-42, 1984.

HOYOS, A.; GONZALES PARRA, J.; FERNANDEZ BERMEJO, M. C.; RUANO, S. Estudio de la fracción ligera de arenas en suelos con pequeño desarrollo. II. Tinción con cobaltinitrito. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 43, n. 1/2, p. 43-49, 1984.

LANGTON, J. E.; LEE, G. B. Preparation of thin sections from moist organic soil materials. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p. 221-223, 1965.

PARFENOVA, E. I.; YARILOVA, E. A. **Mineralogical investigations in soil science**. Jerusalem: Program for Scientific Translations, 1965. 178 p. Tradução de A. Gourevitch e N. Kaner.

PISSARA, J.B.; CARDOSO, J.C.; GARCIA, J.S. **Mineralogia dos solos de São Tomé e Príncipe**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1965. 144 p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 118).

PORTAS, C.A.M.; FURTADO, A.F.A.S. **Reserva mineral e minerais da areia de alguns solos da cela (Angola)**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1964. 123 p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 115).

STOOPS, G. Visual aid for the estimation of grain sizes in thin sections. **Anales de Edafologia y Agrobiologia**, Madrid, v. 40, n.11/12, p. 2289-2291, 1981.