

Manual dos Métodos de Análise de Solo e Água
em Laboratório e Campo para Obtenção
dos Parâmetros Requeridos pelo SiBCTI



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

DOCUMENTOS 228

Manual dos Métodos de Análise de Solo e Água em Laboratório e Campo para Obtenção dos Parâmetros Requeridos pelo SiBCTI

*Silvio Roberto de Lucena Tavares
Fernando Cezar Saraiva do Amaral
Fábio Pereira Botelho
(Editores Técnicos)*

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Solos

Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024. Jardim Botânico
CEP: 22460-000 - Rio de Janeiro, RJ
Fone: + 55 (21) 2179-4500
www.embrapa.br
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Comitê Local de Publicações
da Unidade Responsável

Presidente
Gustavo de Mattos Vasques

Secretário-Executivo
Marcos Antônio Nakayama

Membros
*Bernadete da Conceição Carvalho Gomes Pedreira,
David Vilas Boas de Campos, Evaldo de Paiva Lima,
José Francisco Lumbreras, Joyce Maria Guimarães
Monteiro, Lucia Raquel Queiroz Pereira da Luz,
Maurício Rizzato Coelho, Wenceslau Geraldes Teixeira*

Supervisão editorial
Marcos Antônio Nakayama

Projeto gráfico da coleção
Carlos Eduardo Felice Barbeiro

Editoração eletrônica
Natália Fernandes Rodrigues

Foto da capa
Silvio Roberto de Lucena Tavares

1ª edição
on-line (2021)

Todos os direitos reservados.

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

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Embrapa Solos

Manual dos métodos de análise de solo e água em laboratório e campo para
obtenção dos parâmetros requeridos pelo SiBCTI / Silvio Roberto de Lucena
Tavares ... [et al.], editores técnicos. – Rio de Janeiro : Embrapa Solos, 2021.
(148 p.) – (Documentos / Embrapa Solos, ISSN 1517-2627 ; 228).

1. Análise do Solo. 2. Manejo de Água. 3. Irrigação. 4. Captação D'água. 5.
Sistema de Irrigação. I. Tavares, Silvio Roberto de Lucena. II. Amaral, Fernando
Cezar Saraiva do. III. Botelho, Fábio Pereira. IV. Embrapa Solos. V. Série.

CDD 631.41

Editores Técnicos

Silvio Roberto de Lucena Tavares

Engenheiro-agrônomo, doutor em Geotécnia Ambiental, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Fernando Cezar Saraiva do Amaral

Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Fábio Pereira Botelho

Tecnólogo em Processamento de Dados, mestre em Ciências da Computação, analista da Embrapa Solos, Recife, PE.

Autores

Brivaldo Gomes de Almeida

Químico Industrial, doutor em Agronomia (Solos e Nutrição de Plantas), professor da Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, PE

Daniel Vidal Pérez

Engenheiro-agrônomo, doutor em Química, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ

David Vilas Boas de Campos

Engenheiro-agrônomo, doutor em Ciência do Solo, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ

Gilson Gregoris

Técnico da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ

Guilherme Kangussu Donagemma

Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ

Hugo Alberto Ruiz

Bioquímico, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, professor da Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG

João Herbert Moreira Viana

Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG

Lilian de Oliveira Bassil Pires

Técnica da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ

Marcelo Francisco Costa Saldanha

Químico, mestre em Físico-Química, analista da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

Marcos Aurélio Carolino de Sá

Engenheiro-agrônomo, doutor em Ciência do Solo, pesquisador da Embrapa Cerrados, Brasília, DF.

Paulo César Teixeira

Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Raphael Bragança Alves Fernandes

Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, professor do Departamento de Solos da Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG.

Sebastião Barreiros Calderano

Geólogo, mestre em Geologia, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Silmara Rossana Bianchi

Química, doutora em Química Analítica, analista da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Silvio Barge Bhering

Engenheiro-agrônomo, doutor em Geografia, pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Sonia Carmela Falci Dechen

Engenheira-agrônoma, doutora em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisadora científica do Instituto Agronômico de Campinas, Campinas, SP.

Vilson Antônio Klein

Engenheiro-agrônomo, doutor em Agronomia (Solos e Nutrição de Plantas), professor da Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, RS.

Wenceslau Geraldes Teixeira

Engenheiro-agrônomo, doutor em Geoecologia (Dr. rer. nat.), pesquisador da Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ.

Apresentação

Desde a sua primeira versão, o Sistema Brasileiro de Classificação de Terras para Irrigação (SiBCTI), diversos treinamentos presenciais foram oferecidos e realizados pelos pesquisadores e técnicos da Embrapa Solos, a diversas instituições de pesquisa, ensino e extensão rural, bem como para associações e cooperativas de produtores e empresas e instituições que trabalham diretamente na área de irrigação no País. O objetivo desses treinamentos é capacitar os potenciais usuários do SiBCTI a tirarem todo o proveito dessa eficiente ferramenta de tomada de decisão no desenvolvimento inicial de seus projetos de irrigação.

Agora, com a modernização dos treinamentos do SiBCTI, que passaram de curso presencial para curso à distância, oferecido pela plataforma e-Campo do Ambiente Virtual de Aprendizagem (AVA) da Embrapa (<https://www.embrapa.br/e-campo>), torna-se necessário que algumas publicações sejam disponibilizadas aos alunos, anexas a cada curso, com o intuito de facilitar ainda mais o aprendizado pelo ambiente em todos os dispositivos pelos quais as aulas podem ser assistidas, seja computador, tablete ou celular.

Como a experiência pretérita dos cursos presenciais nos mostraram que, muitas vezes, os alunos tinham algumas dúvidas sobre alguns parâmetros técnicos solicitados pelo Sistema, tanto na sua gênese quanto na metodologia laboratorial, este trabalho veio justamente para atender de maneira geral todas essas questões.

Assim sendo, nesta publicação são apresentados todos os parâmetros técnicos solicitados pelo software do SiBCTI aos seus usuários (dados de entrada), com explicações detalhadas sobre como eles são coletados no campo ou por meio de análises laboratoriais. O aluno é instruído também sobre o correto preenchimento dos campos dedicados a cada um dos parâmetros solicitados. Isso para que o classificador de terras para irrigação tenha total conhecimento sobre as informações que está inserindo sobre as propriedades do sistema relacionados ao solo, à qualidade e custo de captação da água para irrigação, ao sistema de irrigação e a cultura agrícola de interesse.

Esperamos que essa publicação possa dirimir quaisquer dúvidas que o usuário SiBCTI possa ter em relação aos parâmetros técnicos solicitados no programa computacional, de maneira que a utilização deste importante sistema, atinja o seu objetivo principal que é a correta classificação de terras para irrigação, contribuindo de maneira definitiva para a exploração sustentável dos recursos naturais envolvidos na agricultura irrigada.

Maria de Lourdes Mendonça Santos Brefin

Chefe Geral da Embrapa Solos

Sumário

Introdução.....	11
Parâmetros do Sistema Relacionados ao Solo I.....	12
1. Profundidade (Z)	13
2. Ca + Mg (Y).....	14
3. Valor T (T).....	28
4. pH do Solo medido em Água (H)	35
5. Saturação por Sódio Trocável (S)	38
6. Alumínio Trocável (M).....	40
7. Classe Textural (V).....	42
8. Capacidade de Água Disponível (C)	57
Parâmetros do Sistema Relacionados ao Solo II.....	84
9. Condutividade Elétrica do Extrato de Saturação (E).....	84
10. Mineralogia da argila (A).....	97
11. Espaçamento entre drenos (D)	110
12. Posição na Paisagem (A área é abaciada?) (B)	115
13. Topografia (Declividade) (G)	116
14. Condutividade Hidráulica (K).....	117
15. Velocidade de Infiltração Básica (I).....	121
16. Profundidade da Zona de Redução (W).....	126
17. Pedregosidade (P)	127
18. Rochosidade (R)	128
Parâmetros do Sistema Relacionados à Qualidade e Custo de Captação de Água para Irrigação	129
19. Coleta, Acondicionamento, Preservação e Transporte de Amostras de Água para fins de Irrigação	131
20. Condutividade Elétrica (e).....	135
21. Relação ou Razão de Adsorção de Sódio (s)	139
22. Diferença de Cota de Captação (h) e Distância de Captação D'água (d).....	142
23. Boro (b)	143
24. Ferro (f)	144
25. Cloreto (c).....	145
Referências	148

Introdução

O Sistema Brasileiro de Classificação de Terras para Irrigação (SiBCTI), é um sistema que foi desenvolvido com o objetivo de definir a potencialidade do ambiente para desenvolver culturas agrícolas sob determinada tecnologia de irrigação.

O SiBCTI é um sistema especialista de tomada de decisão, cujo elemento principal é a informação. Seu objetivo é armazenar, tratar e fornecer informações, visando entregar ao seu usuário a classificação automática de sua terra para irrigação. Por definição, os sistemas especialistas são programas constituídos por uma série de regras que analisam informações (normalmente fornecidas pelo usuário do sistema) sobre uma classe específica de problema (também conhecido por domínio do problema).

Desde a concepção inicial do SiBCTI, os desenvolvedores desse sistema, sempre tiveram a preocupação para que a interação com o usuário e a forma de entrada dos dados (informações dos parâmetros solicitados) na interface do programa, fossem o mais amigável possível: simples, direto e objetivo. A intenção é que, com apenas alguns cliques de escolha de campos e alguns dados de entrada em outros campos, o usuário final adentre com as informações solicitadas pelo sistema e obtenha uma rápida classificação final de suas terras para irrigação.

As informações solicitadas deverão ser colocadas nas três únicas telas disponíveis para esta interação situadas na interface de consulta do programa de computador do SiBCTI. Essa base de fatos fornecidas são os Parâmetros do Sistema Relacionados ao Solo (18 parâmetros – divididos em duas telas – Propriedades do Solo I e Propriedades do Solo II) e os Parâmetros do Sistema Relacionados à Qualidade e Custo de Captação da Água para Irrigação (7 parâmetros – em uma única tela – Propriedades da Água).

O objetivo desta publicação é mostrar ao usuário do sistema, como as propriedades de solo e água solicitados pelo SiBCTI, são obtidas no campo e/ou determinadas em laboratório. Nossa pretensão é familiarizar ou recordar aos usuários, através dessas informações sistematizadas neste documento, sobre as gênese e análises dessas variáveis. Nas vídeoaulas práticas 11 e 12 do Curso: Sistema Brasileiro de Classificação de Terras para Irrigação oferecido pelo Ambiente Virtual de Aprendizado (AVA) da Embrapa, você terá a oportunidade de “viajar” para o campo conosco e “visitar” os nossos laboratórios, para visualmente observar como tudo isso é feito na prática.

Nesta publicação, todos os métodos de análise de solo e água solicitados ao usuário do SiBCTI estão sistematizados de maneira ordenada e sequencial, visando que o usuário tenha acesso e reforce seus conhecimentos já adquiridos sobre os mesmos ou dirima suas dúvidas relativas a algum parâmetro específico.

Esse documento está dividido em capítulos. Os dois capítulos iniciais relativos as Propriedades de Solo – I e II, tratam-se em grande parte dos mesmos de uma compilação literal, nesta obra, dos capítulos originais do Manual de Métodos de Análise de Solo (3ª Edição, 2017), disponibilizado gratuitamente no site da Embrapa Solos. O objetivo dessa segregação das metodologias laboratoriais do referido manual da Embrapa, é oferecer diretamente e sequencialmente ao usuário do SiBCTI, as informações diretas sobre as poucas propriedades solicitadas pelo sistema, de maneira que ele tenha essas informações em uma única publicação que espelhe os parâmetros que o mesmo está analisando. No terceiro capítulo, estão sistematizados e disponibilizados as informações e metodologias de coleta e análises laboratoriais dos Parâmetros do Sistema Relacionados à Qualidade e Custo de Captação da Água para Irrigação.

Parâmetros do Sistema Relacionados ao Solo I

Antes de tecer comentários sobre as propriedades do solo requeridas no SiBCTI, é importante lembrar ao usuário do sistema que os dados morfológicos e analíticos dos perfis de solos (oriundos dos levantamentos pedológicos), são apresentados por horizontes, ao passo que o SiBCTI requer as informações por camadas. Nas vídeoaulas práticas 9 e 10 do Curso: Sistema Brasileiro de Classificação de Terras para Irrigação, oferecido pelo Ambiente Virtual de Aprendizado (AVA) da Embrapa, está bem explicado o procedimento de conversão de dados de horizontes e/ou camadas pedológicas para as respectivas profundidades de camadas para o SiBCTI quando requerida em qualquer propriedade do solo pelo sistema.

Desta maneira, para proceder a inserção dos dados no sistema quando as espessuras dos horizontes não coincidem com as camadas definidas pelo SiBCTI, o preenchimento dos dados deverá seguir três situações:

- Situação 1 - Quando uma camada do SiBCTI engloba mais de um horizonte do perfil de solo, o valor a ser atribuído para esta camada deve ser a média ponderada dos dados dos horizontes conforme suas espessuras dentro da camada;
- Situação 2 - Quando uma camada do SiBCTI engloba parte de um horizonte, o valor a ser atribuído à camada, neste caso, será o do próprio horizonte;
- Situação 3 - Quando não há dados de horizontes (solo raso, por exemplo) para preenchimento da camada do SiBCTI (camada profunda, por exemplo), esta deve receber o valor “zero”.

1. Profundidade (Z)

Esse parâmetro é determinado inicialmente pelo pedólogo que realizou o estudo da morfologia do solo no campo (descrição do perfil), para cada horizonte ou camada, individualmente, e depois são ancorados pelos resultados analíticos determinados do laboratório, seguindo um registro metodizado pelo Manual de Descrição e Coleta de Solo no Campo (2005) da SBCS e Embrapa/CNPS.

Como observado inicialmente neste capítulo, os dados morfológicos e analíticos oriundos desses estudos, são apresentados por horizontes e/ou camadas na descrição do perfil pedológico de acordo com a sua ocorrência no campo, ao passo que o SiBCTI requer as informações de profundidade por espessura de camadas pré-estabelecidas para este e outros parâmetros de solo.

A espessura do solo de interesse para a classificação no SiBCTI não é a espessura do solo (horizontes e camadas) determinadas no perfil pedológico, mas a espessura de solo que se apresenta sem impedimento à livre penetração do sistema radicular das culturas agrícolas de interesse para classificação do potencial das terras. Esse impedimento pode ser causado por uma barreira física, em consequência da presença de rocha consolidada, duripã, fragipã, horizonte litoplântico, horizonte plântico, horizonte plântico ou elevado nível do lençol freático.

No caso deste parâmetro em questão (profundidade), duas informações interessam para o preenchimento do campo no sistema: 1) a profundidade do solo até a camada semipermeável e 2) a profundidade do solo até a camada impermeável. No SiBCTI, esse parâmetro é determinado em centímetros.

Essas informações, de uma maneira geral, não estão muito claras na ficha descritiva do perfil pedológico analisado, e sim nas nuanças descritas no mesmo: nas constatações dessas camadas através de outras informações presentes na descrição morfológica (presença de mosqueado, cor do solo, estrutura, consistência, drenagem do perfil, etc.) ou em observações registradas pelo(s) pedólogo(s) responsável(is) pelo levantamento na própria ficha do perfil. Portanto, o classificador obterá esse parâmetro na ficha descritiva do perfil de solo representativo da área que queira determinar o seu potencial para cultivo sob irrigação.

2. Ca + Mg (Y)

Os quatro elementos trocáveis de maior importância no solo são os seguintes: cálcio, magnésio e potássio, por serem macronutrientes, e sódio, por ser parte importante do complexo coloidal de solos salinos e alcalinos. No SiBCTI, apenas o potássio não é requerido como parâmetro de entrada pelo usuário nas propriedades do solo para fins de classificação.

As informações referentes a variável Ca + Mg deverão ser fornecidas em cmolc.kg^{-1} e em três camadas do solo: 0-20, 20-60 e 60-120 cm para que o sistema gere a classificação final da terra. Deverá ser avaliada e obtida segundo Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA (2017).

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação do Ca + Mg em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulo 3 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

2.1 Cátions Trocáveis¹

2.1.1 Al^{3+} , Ca^{2+} e Mg^{2+} trocáveis

2.1.1.1 Princípio

Os cátions trocáveis (Al^{3+} , Ca^{2+} e Mg^{2+}) são determinados utilizando-se uma solução extratora, em que o método do KCl 1 mol L^{-1} é o preferencial. Esses cátions adsorvidos são então analisados por métodos volumétricos, de emissão ou absorção atômica.

2.1.1.2 Extração

2.1.1.2.1 Material e Equipamentos

- Balões volumétricos de 1 L e de 2 L.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Funil de haste longa.
- Béquer de 3 L.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Agitador horizontal circular.
- Potenciômetro.

¹ Autores: Paulo César Teixeira; David Vilas Boas de Campos; Silmara Rossana Bianchi; Daniel Vidal Pérez e Marcelo Francisco Costa Saldanha

2.1.1.2.2 Reagentes e Soluções

- **Solução de KCl 1 mol L⁻¹** – pesar 74,56 g de cloreto de potássio (KCl), previamente seco em estufa, para cada litro de solução a ser preparada.

2.1.1.2.3 Procedimento¹

- Pesar 10,0 g de solo (TFSA), colocar em Erlenmeyer de 125 mL e adicionar 100 mL de solução de KCl 1 mol L⁻¹.
- Agitar durante 5 minutos em agitador horizontal circular.
- Depois da agitação, deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar para Erlenmeyers de 125 mL três alíquotas de 25,00 mL da parte sobrenadante da solução extratora, para determinação do alumínio extraível, cálcio + magnésio e cálcio trocáveis.

Obs.: a pequena solubilidade dos carbonatos alcalino-terrosos no KCl 1 mol L⁻¹ possibilita o emprego do método do KCl 1 mol L⁻¹ em solos com calcário.

2.1.1.3 Determinação

2.1.1.3.1 Alumínio trocável

2.1.1.3.1.1 Princípio

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

2.1.1.3.1.2 Material e Equipamentos

- Gral de quartzo. Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica ou digital.²

2.1.1.3.1.3 Reagentes e Soluções

- **Indicador azul de bromotimol** – pesar 0,1 g do indicador, colocar em gral de quartzo e adicionar 1,6 mL de NaOH 0,1 mol L⁻¹. Triturar até a dissolução completa. Caso a cor verde desapareça, adicionar algumas gotas de NaOH. Passar o resíduo para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água. Homogeneizar.
- **Solução de NaOH 1,0 mol L⁻¹** – pesar 40 g de NaOH sólido e transferir para balão volumétrico de 1 L. Dissolver e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

² Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada. Nesse caso, pode-se medir 10 cm³ de solo em vez de pesar 10 g de solo. A expressão do resultado, nesse caso, seria cmol_c dm⁻³.

- **Solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹** – pipetar 25 mL da solução de NaOH 1 mol L⁻¹ e transferir para balão volumétrico de 1 L, completando o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar. Padronizar a solução.
- **Solução padrão primário de biftalato de potássio (KHC₈H₄O₄) 0,0250 mol L⁻¹** – pesar 0,5106 g de biftalato de potássio (hidrogeno ftalato de potássio), previamente seco em estufa a 100 °C por 2 horas. Adicionar aproximadamente 20 mL de água destilada ou deionizada e aquecer até 40 °C. Transferir para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Indicador fenolftaleína 1%** – dissolver 1 g do indicador em álcool etílico, completando o volume para 100 mL com álcool etílico em balão volumétrico. Homogeneizar.

2.1.1.3.1.3.1 Padronização da solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹

- Pipetar 25,00 mL da solução padrão de biftalato de potássio 0,0250 mol L⁻¹ e transferir para Erlenmeyer de 125 mL. Adicionar três gotas do indicador fenolftaleína. Titular com a solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹ até o surgimento da cor levemente rosada.

$$[\text{NaOH}_{\text{pad}}] = \frac{[\text{BifK}] \cdot 25}{V}$$

Em que:

$[\text{NaOH}_{\text{pad}}]$ – concentração da solução padronizada de NaOH, em mol L⁻¹.

$[\text{BifK}]$ – concentração da solução padrão primário de biftalato de potássio = 0,0250 mol L⁻¹.

V – volume da solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹ gasto na padronização, em mL.

2.1.1.3.1.4 Procedimento

- Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtidas na extração com KCl 1 mol L⁻¹ (item 2.1.1.2.3), adicionar três gotas do indicador azul de bromotimol e titular com solução padronizada de NaOH 0,025 mol L⁻¹, até que a coloração passe de amarelo para verde-azulada persistente.

2.1.1.3.1.5 Cálculo

$$\text{Al}^{3+} = V \cdot f$$

Em que:

Al^{3+} – concentração de alumínio trocável no solo, em cmol_c kg⁻¹.

V – volume da solução padronizada de NaOH gasto na titulação, em mL.

f – fator de correção considerando a padronização da solução de NaOH em que $f = [\text{NaOH}_{\text{pad}}] \times 40$

$[\text{NaOH}_{\text{pad}}]$ – concentração da solução padronizada de NaOH, em mol L⁻¹.

Valor 40 – equivale a $4 \times 100 / 10$, sendo o 4 vindo da divisão de 100 mL da solução extratora por 25 mL pipetado, 100 vindo da mudança de 10 g para 1 kg de solo e 10 da mudança de mmol_c kg⁻¹ para cmol_c kg⁻¹.

2.1.1.3.1.6 Observações

Caso a concentração da solução padronizada de NaOH seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja, $0,025 \text{ mol L}^{-1}$, o fator f será igual a 1, e concentração de Al^{3+} será igual ao volume da solução de NaOH gasto na titulação da amostra. No caso de solos ricos em matéria orgânica, a determinação por espectrometria de absorção atômica é mais indicada, visto que os íons hidrogênio dissociados durante a extração com KCl são também dosados no método volumétrico.

A solução de NaOH $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ deve ser previamente padronizada e protegida do ar para evitar carbonatação.

2.1.1.3.2 Cálcio + magnésio trocáveis determinados por complexometria

2.1.1.3.2.1 Princípio

Extração com solução de KCl 1 mol L^{-1} e determinação complexométrica em presença dos indicadores negro de eriocromo e murexida ou calcon.

2.1.1.3.2.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Pipeta graduada ou proveta de 10 mL.
- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Balança analítica.
- Placa aquecedora.

2.1.1.3.2.3 Reagentes e Soluções

- **Solução tampão pH 10** – dissolver 67,5 g de NH_4Cl em 200 mL de água destilada ou deionizada e colocar em balão volumétrico de 1 L. Adicionar 600 mL de NH_4OH concentrado, 0,616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e 0,930 g de EDTA, sal dissódico. Agitar bem até dissolver e completar o volume com água. 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 quatro gotas de negro de eriocromo; a cor avermelhada deverá tornar azul puro pela adição de uma gota do EDTA $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$.
- **Coquetel tampão (Solução tampão, trietanolamina e cianeto de potássio)** – 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.

Atenção: o cianeto de potássio é um sal que deve ser manuseado em meio alcalino. A solução de cianeto deve ser sempre preparada com água previamente alcalinizada com NaOH. Em meio neutro ou ácido, o cianeto de potássio reage com os íons H^+ formando HCN, gás castanho tóxico, com odor de amêndoas doces, que pode matar por asfixia em baixíssimas concentrações.

Em função disso, todas as precauções necessárias devem ser tomadas tanto na preparação da solução quanto no seu descarte.

- **Solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹** – pesar 4,653 g de EDTA p.a. previamente seco em estufa e dissolver em água destilada ou deionizada contida em balão volumétrico de 1 L, completando o volume. Padronizar a solução.
- **Indicador negro de eriocromo** – dissolver 100 mg do indicador em 25 mL de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro. Essa solução deve ser usada recém-preparada devido à facilidade de se deteriorar com o tempo.
- **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 do sal, colocar em balão volumétrico de 1 L contendo água destilada ou deionizada, dissolver completamente e completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução padrão de CaCO₃ 0,0125 mol L⁻¹** – pesar 1,250 g de CaCO₃, colocar em béquer de 400 mL. Umedecer com água destilada ou deionizada. Adicionar, gota a gota, HCl p.a. concentrado (d = 1,19 g cm⁻³ e 37%), até cessar a efervescência. Aquecer ligeiramente para facilitar a dissolução. Deixar esfriar. Transferir para balão volumétrico de 1 L, lavando o béquer várias vezes com água. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

2.1.1.3.2.3.1 Padronização da solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹

- Pipetar 25,00 mL da solução padrão de CaCO₃ 0,0125 mol L⁻¹ e transferir para Erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 4 mL do coquetel tampão, 30 mL de água destilada ou deionizada, três gotas do indicador negro de eriocromo. Titular com a solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹ até que a cor vire de vermelho vinho para azul.

$$[\text{EDTA}_{\text{pad}}] = \frac{[\text{CaCO}_3] \cdot 25}{V}$$

Em que:

[EDTA_{pad}] – concentração da solução padronizada de EDTA, em mol L⁻¹.

[CaCO₃] – concentração da solução padrão primário de carbonato de cálcio 0,0125 mol L⁻¹.

V – volume da solução de EDTA gasto na padronização/titulação, em mL.

2.1.1.3.2.4 Procedimento

- Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtida na extração com KCl 1 mol L⁻¹ (2.1.1.2.3), adicionar 4 mL do coquetel tampão (cianeto de potássio, trietanolamina e solução tampão).
- Adicionar aproximadamente 30 mg de ácido ascórbico e três gotas do indicador negro de eriocromo.

- Titular imediatamente após a adição do indicador com a solução padronizada de EDTA 0,0125 mol L⁻¹, até viragem da cor vermelho-arroxeadada para azul puro ou esverdeado (com essa titulação são determinados conjuntamente Ca²⁺ e Mg²⁺).
- Anotar o volume da solução de EDTA gasto na titulação.

2.1.1.3.2.5 Cálculo

$$[Ca^{2+} + Mg^{2+}] = V \cdot f$$

Em que:

[Ca²⁺ + Mg²⁺] – concentração de Ca²⁺ + Mg²⁺ trocáveis no solo, em cmol_c kg⁻¹.

V – volume da solução padronizada de EDTA gasto na titulação, em mL.

f – fator de correção considerando a padronização da solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹.

f – [EDTA_{pad}] x 80.

[EDTA_{pad}] – concentração da solução padronizada de EDTA, em mol L⁻¹.

Valor 80 – equivale a 4 x 100 x 2 / 10, sendo o 4 vindo da divisão de 100 mL da solução extratora por 25 mL pipetado, 100 vindo da mudança de 10 g para 1 kg de solo, 2 da carga do cátion e 10 da mudança de mmol_c kg⁻¹ para cmol_c kg⁻¹.

2.1.1.3.2.6 Observação

Caso a concentração da solução padronizada de EDTA seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja, 0,0125 mol L⁻¹, o fator f será igual a 1 e concentração de Ca²⁺ + Mg²⁺ será igual ao volume gasto da solução de EDTA na titulação da amostra.

2.1.1.3.3 Cálcio e magnésio trocável

2.1.1.3.3.1 Cálcio trocável determinado por complexometria

2.1.1.3.3.1.1 Princípio

Extração com solução KCl 1 mol L⁻¹ e determinação complexométrica em presença do indicador ácido calconcarbônico + sulfato de sódio (calcon).

2.1.1.3.3.1.3 Reagentes e Soluções

- **Ácido ascórbico**
- **Solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹** – pesar 4,653 g de EDTA p.a. previamente seco em estufa e dissolver em água destilada ou deionizada contida em balão volumétrico de 1 L, completando o volume. Padronizar a solução conforme item 2.1.1.3.2.3.1.
- **Solução de KOH 10%** – pesar 100 g de KOH. Passar para balão volumétrico de 1 L, adicionar água destilada ou deionizada, homogeneizar e completar o volume com água.

- **Indicador ácido calconcarbônico + sulfato de sódio** – pesar 99,0 g de sulfato de sódio anidro p.a. e colocar em gral de porcelana. Adicionar 1 g de ácido calconcarbônico ($C_{21}H_{14}N_2O_7S$). Triturar bem a mistura até obter um pó fino e homogêneo. Guardar em frasco escuro.

2.1.1.3.3.1.4 Procedimento

Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtida na extração com KCl 1 mol L⁻¹ (item 2.1.1.2.3), adicionar 3 mL de KOH a 10% e uma “pitada” de ácido ascórbico (aproximadamente 30 mg) e uma “pitada” do indicador ácido calconcarbônico + sulfato de sódio.

Titular com solução padronizada de EDTA 0,0125 mol L⁻¹ até viragem da cor de vermelho intenso para azul intenso.

Anotar o volume de EDTA gasto.

2.1.1.3.3.1.5 Cálculo

$$Ca^{2+} = V \cdot f$$

Em que:

Ca^{2+} – concentração de cálcio trocável no solo, em $cmol_c kg^{-1}$.

V – volume da solução padronizada de EDTA gasto na titulação, em mL.

f – fator de correção considerando a padronização da solução de EDTA 0,0125 mol L⁻¹.

f – $[EDTA_{pad}] \times 80$.

$[EDTA_{pad}]$ – concentração da solução padronizada de EDTA, em mol L⁻¹.

Valor 80 – equivale a $4 \times 100 \times 2 / 10$, sendo o 4 vindo da divisão de 100 mL da solução extratora por 25 mL pipetado, 100 vindo da mudança de 10 g para 1 kg de solo, 2 da carga do cátion e 10 da mudança de $mmol_c kg^{-1}$ para $cmol_c kg^{-1}$.

Obs.: Caso a concentração da solução padronizada de EDTA seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja, 0,0125 mol L⁻¹, o fator f será igual a 1 e concentração de Ca^{2+} no solo será igual ao volume gasto da solução de EDTA na titulação da amostra.

2.1.1.3.3.2 Magnésio trocável determinado por complexometria

2.1.1.3.3.2.1 Cálculo

Diferença entre os valores de $(Ca^{2+} + Mg^{2+})$ e Ca^{2+} , determinados por complexometria.

$$Mg^{2+} = (Ca^{2+} + Mg^{2+}) - Ca^{2+}$$

Em que:

Mg^{2+} – concentração de Mg^{2+} trocável no solo, em $cmol_c kg^{-1}$.

$(Ca^{2+} + Mg^{2+})$ – concentração de $Ca^{2+} + Mg^{2+}$ trocáveis no solo, em $cmol_c kg^{-1}$ (item 2.1.1.3.2.5).

Ca^{2+} – concentração de Ca^{2+} trocável no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 2.1.1.3.3.1.5).

2.1.1.3.3.3 Cálcio e magnésio trocáveis determinados por espectrometria de absorção atômica

2.1.1.3.3.3.1 Princípio

Extração com solução KCl 1 mol L^{-1} e determinação por espectrometria de absorção atômica.

2.1.1.3.3.3.2 Material e Equipamentos

- Pipeta.
- Erlenmeyer de 20 mL.
- Balão volumétrico de 1 L.
- Balança analítica.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama.

2.1.1.3.3.3.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de lantânio (1 g L^{-1})** – pesar 1,1728 g de La_2O_3 . Umedecer com água destilada e transferir, com lavagens sucessivas, para balão volumétrico de 1 L. Adicionar, aos poucos, HCl concentrado ($d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$ e 37%) até verificar a completa dissolução do óxido. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

Nota: ao invés de La_2O_3 , pode-se usar o $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Nesse caso, deve-se calcular a quantidade necessária do sal para obter uma solução com 1 g L^{-1} de La. O estrôncio pode ser usado em substituição ao lantânio; contudo não tem a mesma eficiência quanto ao controle de interferentes.

- **Soluções padrão de Ca^{2+} e Mg^{2+}** – para a preparação, pode-se recorrer a soluções padrão comerciais ou pode-se pesar sais que possuam quantidades conhecidas dos elementos ou o próprio elemento na forma de metal. A primeira opção é a mais prática, sendo que os padrões comercializados encontram-se, em sua maioria, na forma de ampolas, em geral contendo 1,0000 g de Ca^{2+} ou Mg^{2+} . Normalmente, o conteúdo dessas ampolas é diluído a 1 L com água destilada. Na segunda opção, recomenda-se usar substâncias padrão primário, como o CaCO_3 e o magnésio metálico.

Sugere-se usar, além do branco, ao menos três soluções de concentrações conhecidas de Ca^{2+} e Mg^{2+} , sendo quatro o número mínimo ideal de pontos para construir a curva de calibração (Tabela 1).

Tabela 1. Exemplo de concentrações comumente usadas para construção da curva de calibração.

Solução	Ca	Mg
	----- mg L ⁻¹ -----	
1	0,50	0,25
2	1,00	0,50
3	2,00	0,75
4	3,00	1,00

Nota: a diluição da solução estoque, para as concentrações desejadas, deve ser feita com KCl 1 mol L⁻¹. Com isso, evita-se o efeito de matriz e diminui-se a possibilidade de ionização de Ca e Mg, fatores que interferem no resultado.

2.1.1.3.3.3.4 Procedimento

- Filtrar a suspensão obtida na extração com KCl 1 mol L⁻¹ (item 2.1.1.2.3) para Erlenmeyer de 20 mL em papel de filtro Whatman no 42 ou equivalente, ou aguardar a decantação.
- Pipetar 0,1 mL do extrato (sobrenadante) obtido para Erlenmeyer de 20 mL.
- Adicionar 4,9 mL de solução de lantânio a 1 g L⁻¹.
- Homogeneizar e efetuar a leitura no espectrômetro de absorção atômica com chama.

Nota 1: outras relações extrato e solução de óxido de lantânio podem ser usadas para leitura, pois o que importa é que a concentração de La na solução final de leitura seja de, aproximadamente, 1 g L⁻¹ (Suarez, 1996), embora certos fabricantes indiquem uma concentração final entre 2 g L⁻¹ e 5 g L⁻¹. Nesse caso, os fatores usados no cálculo da concentração de cálcio e magnésio devem ser mudados.

Nota 2: Para preparar curva de calibração, pipetar 0,1 mL de cada solução padrão de Ca e Mg para recipiente de 20 mL. Adicionar 4,9 mL de solução de lantânio 1 g L⁻¹, cuja função é impedir a formação de compostos refratários com Ca²⁺ e Mg²⁺. Homogeneizar cada solução. Efetuar as leituras no espectrômetro de absorção atômica.

2.1.1.3.3.3.5 Cálculos

2.1.1.3.3.3.5.1 Cálcio trocável por absorção atômica

$$\text{Ca}^{2+} = C_1 \cdot 2,5$$

Em que:

Ca²⁺ – concentração de cálcio trocável no solo, em cmol_c kg⁻¹.

C₁ – concentração de Ca²⁺ na solução analisada, em mg L⁻¹.

Valor 2,5 – equivale a (10 x 50) / 200, sendo o 10 vindo da relação solo/extrator de 10/100; 50 vindo da diluição do extrato com a solução de lantânio (0,1 para 5) e 200 da mudança de mg para cmol_c de Ca²⁺.

2.1.1.3.3.5.2 Magnésio trocável por absorção atômica

$$\text{Mg}^{2+} = C_2 \cdot 4,114$$

Em que:

Mg^{2+} – concentração de magnésio trocável no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

C_2 – concentração de Mg^{2+} na solução analisada, em mg L^{-1} .

Valor 4,114 – equivale a $10 \times 50 / 121,53$, sendo o 10 vindo relação solo/extrator de 10/100, 50 vindo da diluição do extrato com a solução de lantânio (0,1 para 5) e 121,53 da mudança de mg para cmol_c de Mg^{2+} .

2.1.2 Potássio e sódio trocáveis

2.1.2.1 Princípio

Extração com solução Mehlich-1 e posterior determinação por espectrofotometria de chama.

2.1.2.2 Material e Equipamentos

- Balões volumétricos de 50 mL e de 1 L.
- Balança analítica.
- Fotômetro de chama.

2.1.2.3 Reagentes e Soluções

- **Solução padrão de KCl e NaCl $10 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$** – pesar 7,46 g de KCl e 5,85 g de NaCl previamente seco em estufa e dissolver em solução extratora de Mehlich-1 até completar o volume de 1 L. Homogeneizar.
- **Solução padrão de KCl e NaCl $0,1 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$** – pipetar 10,00 mL da solução padrão de KCl e NaCl $10 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ e transferir para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume usando solução extratora de Mehlich-1. Homogeneizar.
- **Soluções padrão diluídas de K^+ e Na^+** – pipetar para balões volumétricos de 50,00 mL as seguintes quantidades da solução anterior: 5,00 mL; 10,00 mL; 15,00 mL e 20,00 mL. Completar o volume com solução extratora de Mehlich-1. Transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de $0,01 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$; $0,02 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$; $0,03 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ e $0,04 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ de K^+ e Na^+ , respectivamente.
- **Solução extratora de Mehlich-1** – Preparar conforme item 2.3 do manual.

2.1.2.4 Procedimento³

- Utilizar o extrato obtido no item 2.4 do manual.

³ Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada para o processo de extração. Nesse caso, a expressão do resultado seria mg dm^{-3} ou $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$.

- Passar o extrato de solo obtido com solução de Mehlich-1 no fotômetro de chama. Anotar a leitura.
- Caso a leitura ultrapasse o valor do padrão de maior concentração (ou do limite de detecção do aparelho quando ele dá leitura direta em concentração), fazer a diluição da amostra. Levantar em conta a diluição efetuada quando calcular concentração de K^+ .
- Fazer também uma prova em branco utilizando a solução extratora pura.

2.1.2.5 Cálculo

2.1.2.5.1 Para fotômetros que dão leitura direta em concentração (meq L^{-1} , $\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}$ ou mg L^{-1})

$$K^+, Na^+ (\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = L_1 \cdot d$$

$$K^+ (\text{mg kg}^{-1}) = L_1 \cdot d \cdot 390$$

$$Na^+ (\text{mg kg}^{-1}) = L_1 \cdot d \cdot 230$$

Ou

$$K^+, Na^+ (\text{mg kg}^{-1}) = 10 \cdot L_2 \cdot d$$

$$K^+ (\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = \frac{10 \cdot L_2 \cdot d}{390}$$

$$Na^+ (\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = \frac{10 \cdot L_2 \cdot d}{230}$$

Ou

$$K^+, Na^+ (\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = L_3 \cdot d \cdot 10$$

$$K^+ (\text{mg kg}^{-1}) = L_3 \cdot d \cdot 10 \cdot 390$$

$$Na^+ (\text{mg kg}^{-1}) = L_3 \cdot d \cdot 10 \cdot 230$$

Em que:

L_1 – leitura da amostra (para sódio ou potássio), em meq L^{-1} .

L_2 – leitura da amostra (para sódio ou potássio), em mg L^{-1} .

L_3 – leitura da amostra (para sódio ou potássio), em $\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}$.

d – fator de correção que considera a diluição do extrato de leitura, quando necessário.

2.1.2.5.2 Para fotômetros que não dão leitura direta em concentração

$$K^+ (\text{mg kg}^{-1}) = \frac{(L - b)}{a} \cdot d \cdot 390$$

$$\text{Na}^+ (\text{mg kg}^{-1}) = \frac{(L - b)}{a} \cdot d \cdot 230$$

$$\text{K}^+, \text{Na}^+ (\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = \frac{(L - b)}{a} \cdot d$$

Em que:

L – leitura da amostra (para sódio ou potássio).

a – coeficiente angular da reta de padrões (intercepto).

b – coeficiente linear da reta de padrões.

d – fator de correção que considera a diluição do extrato de leitura.

2.1.2.6 Observações

Nos fotômetros mais modernos, é possível fazer a calibração para leitura simultânea do sódio e potássio.

Em fotômetros que dão leitura direta em concentração, para avaliar sua calibração, é recomendado checar a leitura de padrões de concentração conhecida (que podem também ser adquiridos no mercado). Caso a leitura dos padrões não esteja em conformidade com a concentração, deve-se checar o funcionamento de alguns itens de funcionamento básico do equipamento, como: mangueira de aspiração de amostra, pressão da bomba de vácuo e estabilidade da chama. Caso esteja tudo funcionando normalmente e ainda assim a divergência de valores continue, deve-se realizar nova linearização da curva, conforme indicação do fabricante.

Caso não seja necessário proceder a diluição do extrato da amostra para a leitura, deve-se adotar no cálculo o valor de $d = 1$.

Quando o fotômetro não dá leitura direta em concentração, é necessário preparar a reta de padrões para cálculo dos coeficientes angular e linear da reta.

Para obtenção desses coeficientes, preparar quatro soluções padrão de K^+ , contendo cada uma $0,01 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$; $0,02 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$; $0,03 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ e $0,04 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ de Na^+ e K^+ . Usar a solução extratora de Mehlich-1 pura para a concentração de $0,00 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$.

Passar essas cinco soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de $0,02 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ de K^+ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro.

Elaborar gráfico leitura vs concentração, sendo as concentrações dos padrões colocadas no eixo das abcissas, e as leituras, no eixo das ordenadas.

Descontar o valor da prova em branco.

A solução padrão de sódio pode ser preparada isoladamente; entretanto, como as determinações dos trocáveis envolvem as duas determinações (Na^+ e K^+), por praticidade, pode ser feita uma só solução padrão contendo os dois cátions. Quando se tratar de solos muito ricos em Na^+ , há necessidade de se realizar várias diluições para poder atingir a escala do aparelho.

2.1.3 Literatura recomendada

- BARNHISEL, R.; BERTSCH, P. M. Aluminum. In: PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY, D. R. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 2: chemical and microbiological properties. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1982. p. 275-300.
- BERNARDI, A. C. de C.; SOARES, R.; ESCALEIRA, V. **Comparação de técnicas analíticas para a determinação de cálcio, magnésio e alumínio trocáveis em amostras de solos**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2003. 6 p. il. color. (Embrapa Solos. Circular técnica, 21).
- BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 1572 p.
- CASTRO, A. F. de; ANASTÁCIO, M. de L. A.; BARRETO, W. de O. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Série Agronomia, v. 7, n. 6, p. 75-80, 1972.
- CATANI, R. A.; KÜPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. **Bragantia**, v. 6, n. 4, p. 147-164, 1946.
- DANTAS, M. S. **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).
- DONAGEMMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).
- FEIGENBAUM, S.; HAGIN, J. Evaluation of methods for determining available soil potassium based on uptake by plants. **European Journal of Soil Science**, v. 18, n. 2, p. 197-203, Sept. 1967.
- HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32 p. (Publicação, 151-1A).
- INSTRUMENTOS CIENTÍFICOS CG. **Espectroscopia de absorção atômica: fundamentos e aplicações**. [S.l., 19--]. p. 35, 57.
- 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**, v. 7, n. 8, p. 751-61, 1976.
- KAMPRATH, E. J. Exchangeable aluminum as a criterion from liming leached mineral soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 34, n. 2, 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**, 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**, v. 22, n. 5, p. 382-387, 1958.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

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

PAIVA NETO, J. E.; CATTANI, R. A.; QUEIROZ, M. S.; 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.

PAVAN, M. A.; BLOCH, M. F.; ZEMPULSKI, H. C.; MIYAZAWA, M.; ZOCOLER, D. C. **Manual de análise química do solo e controle de qualidade**. Londrina: Instituto Agrônômico do Paraná, 1992. 38 p. (IAPAR. Circular, 76).

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A. **Métodos de análise de solo para fins de fertilidade**. Campinas: Instituto Agrônômico, 1983. 31 p. (IAC. Boletim técnico, 81).

SHAW, W. M. Determination of exchangeable hydrogen and lime requirement of soils. **Journal of the Association of Official Agricultural Chemists**, 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 of Agricultural Chemists**, v. 34, p. 471-492, 1951.

SOLTANPOUR, P. N.; JONES JR, J. B.; WORKMAN, S. M. Optical emission spectrometry. In: PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY, D. R. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 2: chemical and microbiological properties. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1982. p. 29-65.

SUAREZ, D. L. Beryllium, magnesium, calcium, strontium, and barium. In: SPARKS, D. L. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 3: chemical methods. Madison: Soil Science Society of America, 1996. p. 575-601. (SSSA Book Series, 5).

TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S. J. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. Porto Alegre: UFRGS, 1997. 174 p. (UFRGS. Departamento de Solos, 5).

SOIL SURVEY STAFF. **Soil survey laboratory methods and procedures for collecting soil samples**. Washington, DC, 1972. 63 p. (USDA. Soil Conservation Service. Soil Survey Investigations. Report, 1).

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

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

3. Valor T (T)

O Valor T é a quantidade total de cátions retida por unidade de peso do solo e representa o poder que o solo tem de reter em sua matriz os cátions necessários ao desenvolvimento da planta, impedindo a perda por lixiviação profunda.

As informações referentes a essa variável deverão ser fornecidas em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ para três camadas: 0-20, 20-60 e 60-120 cm para que o sistema gere a classificação final da terra. Deverá ser avaliada e obtida segundo Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA (2017).

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação do Valor T em laboratório, estão descritas a seguir, e são oriundas dos Capítulo 3 (já apresentado), 4, 5 e 6 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017)

3.1 Acidez Potencial do Solo⁴

3.1.1 Introdução

A acidez potencial é caracterizada pela soma da acidez trocável (refere-se aos íons H^+ e Al^{3+} que estão retidos na superfície dos coloides por forças eletrostáticas) com a acidez não trocável, que corresponde àquela acidez neutralizada até um determinado valor de pH. A acidez não trocável é representada pelo hidrogênio de ligação covalente, associado aos coloides com carga negativa variável e aos compostos de alumínio. A acidez potencial caracteriza o poder tampão de acidez do solo e sua estimativa acurada é fundamental para se estimar a capacidade de troca catiônica a pH 7,0 (CTC).

3.1.2 Princípio

Extração da acidez potencial do solo com acetato de cálcio tamponado a pH 7,0 e determinação volumétrica com solução de NaOH em presença de fenolftaleína como indicador.

3.1.3 Material e Equipamentos

- Bureta volumétrica ou digital.
- Balões volumétricos de 100 mL, 250 mL e de 1 L.
- Pipeta graduada.
- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Balança analítica.
- Agitador horizontal circular.

⁴ Autores: David Vilas Boas de Campos; Paulo César Teixeira; Daniel Vidal Pérez e Marcelo Francisco Costa Saldanha

3.1.4 Reagentes e Soluções

- **Indicador fenolftaleína 1%** – dissolver 1 g do indicador em álcool etílico, em balão volumétrico de 100 mL, completando o volume com álcool etílico. Armazenar a solução em frasco protegido da luz.

Nota: como os álcoois, em sua maioria, são acidificados, deve-se colocar, na solução preparada, algumas gotas de NaOH 0,1 mol L⁻¹. Se passar do ponto, isto é, se aparecer cor rósea, adicionam-se gotas de HCl 0,1 mol L⁻¹ até a solução ficar novamente incolor.

- **Solução de hidróxido de sódio 0,025 mol L⁻¹** – pesar 1 g de NaOH sólido e transferir para balão volumétrico de 1 L, completando o volume com água destilada ou deionizada. Padronizar a solução.
- **Solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹** – pesar 0,1 g de NaOH sólido e transferir para balão volumétrico de 250 mL. Completar o volume com água destilada ou deionizada.
- **Solução de HCl 0,1 mol L⁻¹** – pipetar 2,1 mL de HCl concentrado (d = 1,19 g cm⁻³ e 37%) e transferir para balão volumétrico de 250 mL previamente preenchido até a metade com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água e homogeneizar.
- **Solução extratora de acetato de cálcio 0,5 mol L⁻¹ pH 7,1-7,2** – pesar 88,10 g de acetato de cálcio [(CH₃COO)₂Ca.H₂O] p.a. Colocar em balão volumétrico de 1 L. Dissolver e completar o volume com água destilada ou deionizada. Transferir para um béquer e corrigir o pH para 7,1-7,2 com ácido acético glacial, pingando gota a gota e agitando com bastão de vidro.

3.1.4.1 Padronização da solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹

Conforme item 2.1.1.3.1.3.1.

3.1.5 Procedimento⁵

- Pesar 5 g de solo (TFSA), colocar em Erlenmeyer de 125 mL e juntar 75 mL de solução de acetato de cálcio 0,5 mol L⁻¹ pH 7,0.
- Agitar durante 10 minutos em agitador horizontal circular. Depois da agitação, deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar 25,00 mL da solução sobrenadante obtida com acetato de cálcio e transferir para Erlenmeyer de 125 mL (evitar o arraste de partículas de solo).
- Adicionar três gotas da solução de fenolftaleína e titular com solução padronizada de 0,025 mol L⁻¹ de NaOH até o desenvolvimento da cor rósea persistente.
- Utilizar uma prova em branco para cada série de amostras.

3.1.5 Cálculo

$$(H^+ + Al^{3+}) = (V_a - V_b) \cdot 1,65 \cdot f$$

⁵ Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada. Nesse caso, pode-se medir 5 cm³ de solo ao invés de pesar 5 g de solo. A expressão do resultado, nesse caso, seria cmol_c dm⁻³.

Em que:

$(H^+ + Al^{3+})$ – acidez potencial do solo, em $cmol_c\ kg^{-1}$.

V_a – volume da solução padronizada de NaOH $0,025\ mol\ L^{-1}$ gasto na titulação da amostra, em mL.

V_b – volume da solução padronizada de NaOH $0,025\ mol\ L^{-1}$ gasto na titulação da prova em branco, em mL.

Valor 1,65 – fator de correção, decorrente das alíquotas tomadas e da extração de apenas 90% da acidez por este método.

f – fator de correção considerando a padronização da solução de NaOH, em que $f = 0,025 / [NaOH_{pad}]$.

$[NaOH_{pad}]$ – concentração da solução padronizada de NaOH.

3.1.7 Observação

Caso a concentração da solução padronizada de NaOH seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja, $0,025\ mol\ L^{-1}$, o fator f será igual a 1.

3.1.8 Literatura recomendada

CASTRO, A. F. de; ANASTÁCIO, M. de L. A.; BARRETO, W. de O. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Série Agronomia, v. 7, n. 6, p. 75-80, 1972.

CASTRO, A. F. de; BARRETO, W. de O.; ANASTACIO, M. de L. A. Correlação entre pH e saturação de bases de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Série Agronomia, v. 7, n. 6, p. 9-17, 1972.

DONAGEMMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

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.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

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**, 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. (IQA. Boletim técnico, 7).

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

3.2 Hidrogênio Extraível⁶

3.2.9 Princípio

O hidrogênio extraível corresponde à diferença entre a acidez potencial e o alumínio trocável o solo.

3.2.10 Cálculo⁷

$$H^+ = (H^+ + Al^{3+}) - (Al^{3+})$$

Em que:

H^+ – concentração de hidrogênio extraível, em $cmol_c kg^{-1}$.

$(H^+ + Al^{3+})$ – acidez potencial do solo, em $cmol_c kg^{-1}$ (item 3.1.5).

Al^{3+} – concentração de alumínio trocável do solo, em $cmol_c kg^{-1}$ (item 2.1.1.3.1.5)

3.2.11 Observação

O hidrogênio extraível é calculado em amostras com pH em água abaixo de 7,0.

3.2.12 Literatura recomendada

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

PRATT, P. F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 1, n. 1, p. 401-406, 1966.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

3.3 Complexo sortivo do solo (Soma de Bases Trocáveis, CTC Efetiva, CTC Total, Percentagem de Saturação por Bases)⁸

3.3.1 Introdução

Complexo sortivo do solo é o conjunto de partículas trocadoras de íons no solo.

⁶ Autores: David Vilas Boas de Campos; Paulo César Teixeira; Daniel Vidal Pérez e Marcelo Francisco Costa Saldanha

⁷ Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada no processo de extração. Nesse caso, a expressão do resultado seria $cmol_c dm^{-3}$.

⁸ Autores: Paulo César Teixeira; David Vilas Boas de Campos; Marcelo Francisco Costa Saldanha e Daniel Vidal Pérez

Os cátions são íons carregados positivamente, como o cálcio (Ca^{2+}), o magnésio (Mg^{2+}), o potássio (K^+), o sódio (Na^+), o alumínio (Al^{3+}), o ferro (Fe^{2+}), o manganês (Mn^{2+}) e o cobre (Cu^{2+}). A capacidade do solo para manter esses cátions é chamada de capacidade de troca catiônica (CTC). Esses cátions são mantidos pela argila carregada negativamente e partículas de matéria orgânica no solo por meio de forças eletrostáticas (partículas negativas do solo atraem os cátions positivos). Os cátions na CTC das partículas do solo são facilmente trocáveis com outros cátions e, como resultado, são disponíveis para as plantas. Assim, a CTC de um solo representa a quantidade total de cátions trocáveis que o solo pode adsorver.

3.3.2 Valor S – Soma de Bases Trocáveis

3.3.2.1 Princípio

Valor S é o somatório dos teores das bases cálcio, magnésio, potássio e sódio, em $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$. Os demais cátions (micronutrientes) podem ser desprezados para o cálculo.

3.3.2.2 Cálculo⁹

$$\text{Valor S} = \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{Na}^+ + \text{K}^+$$

Em que:

Valor S – soma de bases trocáveis, em $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$.

Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ – teor de cálcio, magnésio, sódio e potássio trocáveis no solo, respectivamente, em $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$.

3.3.2.3 Observação

Se necessário, os teores de K e Na devem ser transformados de mg kg^{-1} para $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$, conforme indicado abaixo:

$$\text{K (cmol}_c \text{kg}^{-1}) = \frac{\text{K (mg kg}^{-1})}{390}$$

$$\text{Na (cmol}_c \text{kg}^{-1}) = \frac{\text{Na (mg kg}^{-1})}{230}$$

3.3.3 CTC Efetiva

3.3.3.1 Princípio

CTC efetiva corresponde à CTC determinada ao pH natural do solo e pode ser estimada somando-se as quantidades trocáveis dos cátions Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ e Al^{3+} , os quais são normalmente determinados nas análises químicas do solo.

⁹ Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada. Nesse caso, a expressão do resultado seria $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$.

3.3.3.2 Cálculo

$$\text{CTC efetiva} = \text{Valor S} + \text{Al}^{3+}$$

Em que:

CTC efetiva – capacidade de troca de cátions efetiva, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

Valor S – soma de bases trocáveis, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.2.2).

Al^{3+} – concentração de alumínio trocável no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 2.1.1.3.1.5).

3.3.4 Valor T – CTC Total (Capacidade de Troca de Cátions Total)

3.3.4.1 Princípio

Valor T é o total de cargas negativas que o solo pode adsorver, e é determinado pela soma entre o valor S e a acidez potencial ($\text{H} + \text{Al}$).

3.3.4.2 Cálculo¹⁰

$$\text{Valor T} = \text{Valor S} + (\text{H}^+ + \text{Al}^{3+})$$

Em que:

Valor T – capacidade de troca de cátions total, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

Valor S – soma de bases trocáveis, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.2.2).

$(\text{H}^+ + \text{Al}^{3+})$ – acidez potencial do solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.1.5).

3.3.5 Valor V (Percentagem de Saturação por Bases)

3.3.5.1 Princípio

Valor V ou V% indica a proporção da CTC do solo que é preenchida pelas bases trocáveis.

3.3.5.2 Cálculo

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

Em que:

Valor V – percentagem de saturação por bases.

Valor S – soma de bases trocáveis, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.2.2).

Valor T – capacidade de troca de cátions total, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.4.2).

¹⁰ Para análises com fins de avaliação da fertilidade, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada. Nesse caso, a expressão do resultado seria $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$.

3.3.5.3 Observação

O Valor V, ou V%, é utilizado para a caracterização de solos eutróficos e distróficos.

3.3.6 Literatura recomendada

DONAGEMMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

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

RAMOS, F. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 66 p. (IQA. Boletim, 11).

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

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

4. pH do Solo medido em Água (H)

O pH é um índice que caracteriza o grau de acidez ou alcalinidade de uma solução ou dispersão. No caso do solo, a faixa de pH considerada normal vai de 5,0 a 7,0. Valores fora dessa faixa podem criar desequilíbrios de nutrição ou induzir a elevação da concentração de íons tóxicos.

As informações referentes ao parâmetro pH em água deverão ser fornecidas em forma adimensional e para três camadas: 0-20, 20-60 e 60-120 cm para que o sistema gere a classificação final da terra. Essa variável deverá ser avaliada e obtida segundo Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA, 2017.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação do pH do Solo medido em Água em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulos 1 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

4.1 Hidrogênio Extraível¹¹

4.1.1 Introdução

O pH do solo é uma determinação da concentração de íons H⁺ na solução do solo, que tem influência na disponibilidade de nutrientes.

4.1.2 Princípio

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

4.1.3 Material e Equipamentos

- Bastão de vidro.
- Pipeta.
- Balão volumétrico de 1 L.
- Copo plástico de 100 mL ou tubo de centrifuga de fundo cônico tipo Falcon de 50 mL, com tampa.
- Balança analítica.
- Potenciômetro com eletrodo combinado de vidro.

4.1.4 Reagentes e Soluções

- **Solução de KCl 1 mol L⁻¹** – dissolver 74,5 g de KCl em água destilada ou deionizada e completar o volume para 1 L.

¹¹ Autores: Paulo César Teixeira; David Vilas Boas de Campos e Marcelo Francisco Costa Saldanha

- **Solução padrão de CaCl_2 1 mol L^{-1}** – pesar 147 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ para cada 1 L de solução. Adicionar água destilada ou deionizada, agitar, deixar esfriar e completar o volume.
- **Solução de CaCl_2 0,01 mol L^{-1}** – pipetar 10 mL da solução padrão de CaCl_2 1 mol L^{-1} , colocar em balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada. Medir a condutividade elétrica dessa solução, que deve de aproximadamente 2,3 mS cm^{-1} .
- **Soluções padrão pH 4,00 e pH 7,00** – preparar soluções de acordo com orientação do fabricante.

4.1.5 Procedimento¹²

- Pesar 10 g de solo (TFSA) e adicionar em copo plástico de 100 mL.
- Adicionar 25 mL de água destilada ou 25 mL de solução salina (KCl 1 mol L^{-1} ou CaCl_2 0,01 mol L^{-1}).
- Agitar a amostra com bastão de vidro individual por cerca de 60 s e deixar em repouso 1 hora.
- Após o repouso, agitar ligeiramente cada amostra com bastão de vidro ou de teflon, mergulhar os eletrodos na suspensão homogeneizada e proceder a leitura do pH.

4.1.6 Observações

Ligar o potenciômetro 30 minutos antes de começar a ser usado, para estabilizar a eletrônica do instrumento.

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

Deve-se lavar o eletrodo antes e depois de calibrar o aparelho com as soluções padrão. Lavar o eletrodo entre uma e outra determinação com água destilada com o auxílio de uma pisseta e enxugar delicadamente com papel absorvente.

A cada 20 leituras, aproximadamente, calibrar o potenciômetro novamente com uma das soluções-padrão.

Para horizonte sulfúrico ou material sulfídrico (Solo Tiomórfico) usar a suspensão solo:água 1:1.

Não realizar leitura do pH com tempo de repouso superior a 3 horas, devido ao efeito de oxi-redução.

Os eletrodos devem permanecer imersos em solução, de acordo com orientação do fabricante, quando não estiverem em uso.

Para facilidade operacional, pode-se também usar tubos Falcon de 50 mL com tampa em vez de copos plásticos. Nesse caso, após a colocação do solo e a devida solução nos tubos, agitar manualmente vários tubos previamente colocados em uma grade.

4.1.7 Literatura recomendada

DONAGEMMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

¹² Para análises com fins de avaliação da fertilidade do solo, alguns laboratórios optam por substituir a pesagem do solo pela cachimbada. Nesse caso, pode-se medir 10 cm^3 de solo em vez de pesar 10 g de solo.

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

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

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

PEECH, M. Hydrogen-ion activity. In: BLACK, C. A.; EVANS, D. D.; ESNMINGER, L. E.; CLARK, F. E. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 2: chemical and microbiological properties. Madison: American Society of Agronomy, 1965. p. 914-926.

SCHOFIELD, R. K.; TAYLOR, A. W. Measurement of the activities of bases in soils. **Journal of Soil Science**, v. 6, n. 1, p.137-146, Jan. 1955.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura- EPFS. Boletim técnico, 7).

5. Saturação por Sódio Trocável (S)

O sódio é um elemento muito importante na agricultura irrigada, tanto pela fitotoxicidade quando presente na solução do solo, quanto pela capacidade desestruturante, ou seja, agindo como um agente desfloculador das unidades pedológicas do solo, o que confere ao solo propriedades físicas extremamente desfavoráveis à penetração da água e das raízes.

As informações referentes a essa variável deverão ser fornecidas em percentagem por sódio trocável ($PST = 100 \text{ Na T}^{-1}$) e para quatro camadas: 0-20, 20-60, 60-120 e 120- 240 cm para que o sistema gere a classificação final do ambiente. Deverá ser avaliada e obtida segundo o Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA, 2017.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação da Saturação por Sódio Trocável em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulos 8 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

5.1 Hidrogênio Extraível¹³

5.1.1 Princípio

Saturação por sódio indica a proporção de sódio solúvel em relação a CTC total do solo.

5.1.2 Cálculo

$$\text{Saturação por Sódio (\%)} = \frac{100 \cdot \text{Na}^+}{\text{Valor T}}$$

Em que:

Na⁺ – concentração de sódio trocável no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 2.1.2.5)

Valor T – capacidade de troca de cátions total, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.4.2).

5.1.3 Observação

Este valor é utilizado para determinação do caráter sódico e solódico em horizontes ou camadas.

5.1.4 Literatura recomendada

DONAGEMMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

¹³ David Vilas Boas de Campos; Paulo César Teixeira; Daniel Vidal Pérez e Marcelo Francisco Costa Saldanha

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

SANTOS, H. G. dos; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C. dos; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; ALMEIDA, J. A. de; CUNHA, T. J. F.; OLIVEIRA, J. B. de. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2013. 353 p.

6. Alumínio Trocável (M)

O alumínio é o principal elemento fitotóxico natural em solos tropicais e se não for corrigido através da calagem, pode ocasionar elevadas perdas de produtividade.

As informações referentes a variável Alumínio Trocável deverão ser fornecidas em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ e para três profundidades: 0-20, 20-60 e 60-120 cm para que o sistema gere a classificação final da terra. Essa variável deverá ser avaliada e obtida segundo Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA, 2017.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação do Alumínio Trocável em laboratório, estão descritas a seguir, e são oriundas dos Capítulos 3, 4, 5 e 6 (já apresentados) e do Capítulo 7 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

6.1 Percentagem de Saturação por Alumínio¹⁴

6.1.1 Princípio

Saturação por alumínio indica a proporção de alumínio solúvel em relação aos teores de bases trocáveis e alumínio na CTC do solo.

6.1.2 Cálculo

$$m = \frac{100 \cdot \text{Al}^{3+}}{(\text{Valor S} + \text{Al}^{3+})}$$

Em que:

m – percentagem de saturação por alumínio.

Valor S – soma de bases trocáveis, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 3.3.2.2).

Al^{3+} – concentração de alumínio trocável no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$ (item 2.1.1.3.1.5).

6.1.3 Observação

Esta relação é empregada na determinação do caráter alítico ou alumínico do solo.

6.1.4 Literatura recomendada

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.

¹⁴ David Vilas Boas de Campos; Paulo César Teixeira; Marcelo Francisco Costa Saldanha e Daniel Vidal Pérez

DONAGEMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B. de; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

SANTOS, H. G. dos; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C. dos; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; ALMEIDA, J. A. de; CUNHA, T. J. F.; OLIVEIRA, J. B. de. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2013. 353 p.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

7. Classe Textural (V)

A textura do solo refere-se à proporção relativa em que se encontram, em determinada massa de solo à distribuição de suas partículas de acordo com o tamanho. Refere-se, especificamente, às proporções relativas das partículas ou frações de areia, silte e argila. A determinação dessas proporções, em parte, é iniciada no campo pelas sensações táteis do pedólogo, mas sempre confirmadas seus resultados em laboratório de física do solo, sendo determinados em amostras na terra fina seca ao ar (TFSA). As coletas do material para análise em laboratório são retiradas no momento da descrição em campo da morfologia do solo (em todos os horizontes e/ou camadas) e encaminhada para análise laboratorial pelo profissional responsável pelo levantamento de solos.

A entrada deste dado no SiBCTI é através da aba Classe Textural, onde o classificador escolhe entre as opções presentes na aba: muito argilosa, argilosa, siltosa, média e arenosa; além das texturas binárias média/argilosa, média/ muito argilosa, argilosa/muito argilosa, arenosa/média e arenosa/argilosa.

No laboratório, a obtenção da textura para inserção no SiBCTI deverá ser feita segundo o Manual de Métodos de Análise de Solo, proposto por Embrapa (2017).

Na escolha pelo classificador entre as opções deste parâmetro, deve-se ponderar a classificação textural média apresentada ao longo da profundidade do perfil de solo de interesse para a exploração dos sistemas radiculares das culturas agrícolas a serem implantadas na área irrigada. Deve-se ter um cuidado especial, quando existe ao longo do perfil de interesse do solo, a presença de horizontes e/ou camadas de iluviação de minerais e/ou matéria orgânica sob horizontes de texturas mais arenosas (leves). Nestes casos, podem-se ter uma influência maior (mesmo em menores espessuras relativas do perfil) dessas camadas subjacentes quanto ao comportamento (resposta) desta massa do solo nas propriedades de armazenamento da água no solo, capilaridade, CTC, etc.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis nas tabelas: Descrição Morfológica e Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação da Classe Textural em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulo 10 da Parte I (Análises Físicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

7.1 Análise Granulométrica¹⁵

7.1.1 Introdução

A análise granulométrica visa à quantificação da distribuição por tamanho das partículas individuais de minerais do solo. Entende-se por partículas individuais os grãos de minerais individualizados, fragmentos de rocha não alterada ou parcialmente alterada (podendo conter mais de um mineral), concreções, nódulos e materiais similares cimentados, conforme definidos pelo Vocabulário de Ciência do Solo (materiais que não podem ser desagregados senão por aplicação de elevada energia, como pancada com martelo). O procedimento operacional visa à ruptura dos agregados do solo e a individualização dessas partículas, por meio de uma combinação de energia mecânica e

¹⁵ Autores: Guilherme Kangussu Donagemma; João Herbert Moreira Viana; Brivaldo Gomes de Almeida; Hugo Alberto Ruiz; Vilson Antônio Klein; Sonia Carmela Falci Dechen e Raphael Bragança Alves Fernandes

química, com a formação de uma suspensão estabilizada, e a quantificação após a separação das frações.

7.1.2 Princípio

Dispersão mecânica e estabilização da amostra por meio de agitador em uma solução dispersante adequada, seguida da separação das frações por peneiramento e sedimentação. Medição das frações separadas por meio de pesagem após secagem em estufa (método padrão) ou da densidade da suspensão.

7.1.3 Material e Equipamentos

- Béquer de plástico de 250 mL.
- Béquer de 500 mL.
- Béquer de 50 mL.
- Balão volumétrico de 1 L.
- Latas de alumínio com tampa com capacidade de 200 mL.
- Proveta de 50 mL, 100 mL e 250 mL.
- Bastão de vidro.
- Peneira com malha de 2,0 mm.
- Peneira com malha de 0,212 mm.
- Peneira com malha de 0,053 mm.
- Fundo para jogo de peneiras.
- Quarteador.
- Funil.
- Suporte para funil.
- Cilindro de sedimentação de 1 L (Koettgen ou similar).
- Bastão para agitação com uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o cilindro ou proveta.
- Termômetro.
- Pipeta graduada de 25 mL.
- Balde de plástico de 25 L.
- Dessecador com sílica gel anidra.
- Densímetro ASTM n° 1 Tipo 152H - com escala Bouyoucos em g L⁻¹.
- Agitador rotativo tipo Wagner ou agitador recíprocante.

- Agitador magnético.
- Balança com precisão de 0,01 g e de 0,001 g.
- Estufa com circulação forçada.
- pHmetro.
- Condutivímetro elétrico.

7.1.4 Reagentes e Soluções

- **Álcool etílico.**
- **Solução de hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹** – dissolver 40 g de NaOH em água destilada ou deionizada e transferir para balão volumétrico de 1 L, completando o volume com água destilada ou deionizada.
- **Solução de hexametáfosfato de sódio 0,058 mol L⁻¹ tamponada com carbonato de sódio 0,075 mol L⁻¹** – pesar 35,7 g do hexametáfosfato de sódio, dissolver em água contida em balão volumétrico de 1 L, adicionar 7,94 g do carbonato de sódio anidro e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de hexametáfosfato de sódio 0,038 mol L⁻¹ + hidróxido de sódio 0,1 mol L⁻¹** – pesar 23,25 g do hexametáfosfato de sódio, dissolver em água contida em balão de 1 L, adicionar 4,00 g de hidróxido de sódio e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de ácido clorídrico diluído 1:10** – adicionar 100 mL de HCl concentrado p.a. em balão volumétrico de 1 L previamente preenchido até a metade com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.

7.1.5 Procedimento

7.1.5.1 Solos “normais” sem concentrações elevadas de matéria orgânica ou de sais solúveis

7.1.5.1.1 Dispersão das amostras

- Proceder à medição da umidade residual do solo, para cálculo da correção de umidade (fator f), conforme procedimento descrito no item 3.4 da parte I do manual .
- Pesar 20,00 g de solo (TFSA).
- Transferir a amostra para a garrafa do agitador, por meio de funil.
- Adicionar 100 mL de água deionizada, lavando-se o funil usado para a transferência da amostra.
- Adicionar 10 mL de solução de hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹. O volume final deve ser de aproximadamente 150 mL nas garrafas ou vidros.
- Montar a(s) garrafa(s) no agitador tipo Wagner, após tampá-la(s) com a rolha de borracha. Apertar a rolha, acionar o agitador e proceder à agitação por 16 horas a 50 rpm. Alternativamente, montar o(s) frasco(s) no agitador horizontal recíprocante, tampá-los e agitar por 16 horas, a 150 ciclos por minuto.

- Decorrido o tempo, desligar o agitador e retirar as garrafas ou frascos de vidro.

7.1.5.1.1.1 Observações

O procedimento descrito previamente é para cilindro de sedimentação ou proveta de 1 L. Também é possível trabalhar com 10,00 g de solo em proveta ou cilindro de 500 mL, mantendo-se a relação solo:solução (1:50) para a adequada dispersão.

Para determinados solos, a solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} poderá apresentar problemas na dispersão das argilas, podendo ser substituída por 25 mL de solução de hexametáfosfato de sódio $0,058 \text{ mol L}^{-1}$ tamponada com carbonato de sódio $0,075 \text{ mol L}^{-1}$ ou 25 mL da solução de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ + hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.

Os frascos ou outros recipientes para agitação horizontal recíprocante devem ter aproximadamente as seguintes dimensões: 13,5 cm de comprimento e 7,5 cm de diâmetro.

Na coleta da suspensão via pipeta, utilizar auxiliar de pipetagem, preferencialmente automático. Também é importante o uso de EPIs, em especial de óculos de proteção.

Esse procedimento é adequado para a maioria dos solos, exceto para solos salinos, calcários e orgânicos.

Para solos muito intemperizados, como Latossolos, Nitossolos e Argissolos, Gleissolos e Neossolos Quatzarênicos e Neossolos Flúvicos, utilizar hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} como dispersante. Caso esses solos apresentem elevados teores de cálcio, magnésio e potássio, utilizar a mistura hexametáfosfato de sódio + hidróxido de sódio. Para solos salinos, solos sódicos, solos carbonáticos e solos com argila de atividade alta (2:1), como Luvissoles, Chernossolos e Vertissolos, utilizar solução de hexametáfosfato de sódio $0,058 \text{ mol L}^{-1}$ tamponada com carbonato de sódio $0,075 \text{ mol L}^{-1}$ como dispersante.

7.1.5.1.2 Separação de areia

- Montar sobre um funil a peneira de malha 0,053 mm, apoiada em um suporte. Colocar o conjunto funil e peneira sobre a proveta ou cilindro de sedimentação.
- Retirar a garrafa do agitador e transferir a amostra da garrafa para a peneira. Lavar a garrafa e a rolha com água deionizada para transferir todo o conteúdo. Deve-se tomar cuidado para evitar que respingos provoquem perda de material.
- Lavar todo o material retido com água deionizada, sob uma pressão frequente e uniforme de uma coluna de água não maior que 10 kPa, para se obter uma lavagem eficiente e rápida, não deixando ultrapassar o volume final de 1 L no cilindro.
- Completar o volume do cilindro de sedimentação até a marca de 1 L com água deionizada.
- Retirar a areia retida na peneira e transferir para uma lata seca e limpa, previamente tarada e identificada. Eliminar o excesso da água e levar para secagem em estufa a $105 \text{ }^\circ\text{C}$, por 24 horas.
- Retirar a amostra seca da estufa, deixar esfriar em dessecador e pesar em balança semianalítica.

7.1.5.1.3 Determinação de Areia Fina e de Areia Grossa

- Considerar o valor do peso da areia total (areia grossa + areia fina) (item 7.1.5.1.2).
- Caso se deseje a separação da areia total em areia grossa e areia fina, transferir a areia total obtida no passo anterior para uma outra peneira de malha 0,212 mm, com o fundo (ou bandeja) já conectado.
- Proceder o peneiramento do material, de forma a separar a areia grossa, que ficará retida na peneira, da areia fina, que será recolhida no fundo ou bandeja.
- Transferir a areia fina que passou pela peneira para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar em balança analítica com precisão de 0,01 g.

7.1.5.1.4 Determinação de Silte e de Argila

7.1.5.1.4.1 Método da Pipeta

- Preparar uma prova controle (todos os reagentes exceto o solo). Adicionar 10 mL da solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} (ou de outra solução dispersante) à proveta ou cilindro de sedimentação e completar até a marca de 1 L com água deionizada. Proceder a coleta de 25 mL da solução via pipeta. Transferir a alíquota para béquer seco, limpo e previamente tarado. Levar o béquer para secagem em estufa a $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$, por 24 horas.
- Medir a temperatura da suspensão e da prova controle com um termômetro.
- Agitar a suspensão de cada amostra nos cilindros de sedimentação, inclusive da prova controle, utilizando-se do bastão com a tampa de borracha ou agitador magnético. Lavar o agitador antes de trocar de amostra. Recomenda-se uma agitação vigorosa por 1 minuto, sendo que pode ser feita agitação mecânica, se disponível.
- Pipetar imediatamente 25 mL da suspensão de silte + argila. Transferir para um béquer seco, limpo, previamente tarado e identificado. Levá-lo para secagem em estufa a $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$, por 24 horas.
- Aguardar o tempo de sedimentação da fração silte, conforme a Tabela 2, ou o resultado do cálculo pela equação de Stokes mostrado na Figura 1 com o valor medido de densidade de partícula (item 7.1.5.1.6), após a agitação da primeira amostra.
- Passado o tempo de sedimentação da fração silte, inserir a pipeta a 5 cm de profundidade e pipetar 25 mL da suspensão de argila. Transferir a alíquota para um béquer seco, limpo e previamente tarado. Levar o béquer para secagem em estufa a $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$, por 24 horas.
- Retirar os béqueres contendo os resíduos dos pipetados secos da estufa, deixar esfriar em dessecador e pesar em balança com precisão de 0,001 g.
- Tratar e dispor dos resíduos gerados conforme o procedimento padrão de tratamento de efluentes e resíduos.

7.1.5.1.4.2 Método do Densímetro

- Os procedimentos de preparo e dispersão são idênticos ao método da pipeta, com a diferença de se utilizar 50,00 g de amostra, com 250 mL de água e 10 mL de solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} ou 100 mL de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio, ou 100 mL de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ + hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, conforme os pré-testes e as informações complementares indicarem. A quantificação das areias também é idêntica.
- Preparar uma prova controle (todos os reagentes exceto o solo). Colocar 10 mL da solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} (ou outra solução dispersante) na proveta ou cilindro de sedimentação e completar até a marca de 1 L com água deionizada.
- Após separação da fração areia de cada amostra (item 7.1.5.1.2), completar o volume da proveta ou cilindro de sedimentação até a marca de 1 L com água deionizada.
- Agitar a suspensão de cada amostra, inclusive da prova controle, utilizando-se do bastão com a tampa plástica ou de borracha, ou ainda agitador magnético. Lavar o agitador antes de trocar de amostra. Recomenda-se uma agitação vigorosa por 1 minuto.
- Ao finalizar a agitação, introduzir imediata e cuidadosamente o densímetro na suspensão e fazer a leitura da concentração de silte + argila.
- Após uma hora e meia de sedimentação, transferir o volume de suspensão de 5 cm (após o traço de aferição) para copo plástico de 300 mL. Isso pode ser feito por sifonamento, pela torneira do cilindro de sedimentação ou pelo tubo plástico do cilindro de sedimentação.
- Transferir para proveta de 250 mL e agitar. Introduzir o densímetro e efetuar a leitura com aproximação de 1 g L^{-1} . Se houver dificuldade de leitura do densímetro, como bolhas geradas durante o processo de agitação, colocar álcool etílico, duas a três gotas, junto à sua haste.
- Proceder à leitura do controle e anotar.

7.1.5.1.4.2.1 Observações

Esse procedimento foi padronizado para solos de granulometria média a argilosa. Os solos muito argilosos ou arenosos devem ser analisados pelo método da pipeta.

Para temperaturas diferentes de $22 \text{ }^\circ\text{C}$, deve-se fazer a correção nos cálculos conforme Tabela 2 (item 7.1.5.1.6).

No caso de se utilizar a proveta, deve-se coletar 250 mL da suspensão. Para tanto, deve-se rever a profundidade e o tempo, de acordo com a lei de Stokes.

7.1.5.1.5 Cálculos

7.1.5.1.5.1 Método da Pipeta

7.1.5.1.5.1.1 Somatório da massa das frações

$$S_m = \left(\frac{m_{af} \cdot f}{m_i} \right) + \left(\frac{(m_{at} - m_{af}) \cdot f}{m_i} \right) + \left(\frac{(m_{sa} - m_{ar}) \cdot f}{m_i \cdot R_v} \right) + \left(\frac{(m_{ar} - m_{br}) \cdot f}{m_i \cdot R_v} \right)$$

Em que:

S_m – somatório das massas das frações, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

m_{at} – massa de areia total, em g.

m_{sa} – massa de silte + argila, seca em estufa, em g.

m_{ar} – massa de argila, seca em estufa, em g.

m_{br} – massa do controle, seca em estufa, em g.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

R_v – razão do volume pipetado para o volume total da proveta.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5 da parte I do manual).

7.1.5.1.5.1.2 Concentração de areia fina

$$T_{af} = \left(\frac{m_{af} \cdot f}{m_i} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{af} – concentração de areia fina, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.1.1).

7.1.5.1.5.1.3 Concentração de areia grossa

$$T_{ag} = \left(\frac{(m_{at} - m_{af}) \cdot f}{m_i} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{ag} – concentração de areia grossa, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{at} – massa de areia total, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.1.1).

7.1.5.1.5.1.4 Concentração de silte

$$T_s = \left(\frac{(m_{sa} - m_{ar}) \cdot f}{m_i \cdot R_v} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_s – concentração de silte, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{sa} – massa de silte + argila, seca em estufa, em g.

m_{ar} – massa de argila, seca em estufa, em g.

R_v – razão do volume pipetado para o volume total da proveta.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.1.1).

7.1.5.1.5.1.5 Concentração de argila

$$T_{arg} = \left(\frac{(m_{ar} - m_{br}) \cdot f}{m_i \cdot R_v} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{arg} – concentração de argila, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{ar} – massa de argila, seca em estufa, em g.

m_{br} – massa do branco, seca em estufa, em g.

R_v – razão do volume pipetado para o volume total da proveta descontado o volume retirado na primeira pipetagem.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.1.1).

7.1.5.1.5.2 Método do Densímetro

7.1.5.1.5.2.1 Somatório da massa das frações

$$S_m = \left(\frac{m_{af} \cdot f}{m_i} \right) + \left(\frac{(m_{at} - m_{af}) \cdot f}{m_i} \right) + [(L_{d(s+a)} - L_{d(a)}) \cdot f] + [(L_{d(a)} - L_{d(b)}) \cdot f]$$

Em que:

S_m – somatório das massas das frações, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

m_{at} – massa de areia total, em g.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

$L_{d(s+a)}$ – leitura do densímetro na suspensão de silte + argila, em g L⁻¹.

$L_{d(a)}$ – leitura do densímetro na suspensão de argila, em g L⁻¹.

$L_{d(b)}$ – leitura do densímetro na suspensão do branco, em g L⁻¹.

7.1.5.1.5.2.2 Concentração de areia fina

$$T_{af} = \left(\frac{m_{af} \cdot f}{m_i} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{af} – concentração de areia fina, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.2.1).

7.1.5.1.5.2.3 Concentração de areia grossa

$$T_{ag} = \left(\frac{(m_{at} - m_{af}) \cdot f}{m_i} \right) \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{ag} – concentração de areia grossa, em g kg⁻¹.

m_i – massa inicial da amostra, em g.

m_{at} – massa de areia total, em g.

m_{af} – massa de areia fina, em g.

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.2.1).

7.1.5.1.5.2.4 Concentração de silte

$$T_s = [(L_{d(s+a)} + L_{d(a)}) + C_T] \cdot f \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_s – concentração de silte, em $g\ kg^{-1}$.

$L_{d(s+a)}$ – leitura do densímetro na suspensão de silte + argila, em $g\ L^{-1}$.

$L_{d(a)}$ – leitura do densímetro na suspensão de argila, em $g\ L^{-1}$.

C_T – correção da temperatura (Tabela 3).

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.2.1).

7.1.5.1.5.2.5 Concentração de argila

$$T_{arg} = [L_{d(a)} - L_{d(b)} + C_T] \cdot f \cdot \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Em que:

T_{arg} – concentração de argila, em $g\ kg^{-1}$.

$L_{d(a)}$ – leitura do densímetro na suspensão de argila, em $g\ L^{-1}$.

$L_{d(b)}$ – leitura do densímetro no branco, em $g\ L^{-1}$.

C_T – correção da temperatura (Tabela 2).

f – fator de correção de umidade para a massa inicial (item 3.5).

S_m – somatório das massas das frações, em g (item 7.1.5.1.5.2.1).

7.1.5.1.5.2.6 Relação Silte/argila

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.

$$R_{S/A} = \frac{T_S}{T_A}$$

Em que:

$R_{S/A}$ – relação silte/argila.

T_S – concentração de silte, em $g\ kg^{-1}$ (item 7.1.5.1.5).

T_A – concentração de argila, em $g\ kg^{-1}$ (item 7.1.5.1.5).

7.1.5.1.6 Anexos

Tabela 2. Tempo de sedimentação calculado para a fração silte ($0,002 \text{ mm} < \text{Ø} < 0,05 \text{ mm}$) em função da temperatura da suspensão para a profundidade de 5 cm e para solos com densidade de partículas média de $2,65 \text{ kg dm}^{-3}$, em determinação efetuada ao nível do mar.

Temperatura °C	Tempo de sedimentação a 5 cm	
	H	min
15	4	23
16	4	16
17	4	10
18	4	4
19	3	58
20	3	52
21	3	46
22	3	41
23	3	36
24	3	31
25	3	26
26	3	21
27	3	17
28	3	13
29	3	9
30	3	5

Fonte: Almeida et al. (2012).

Tabela 3. Correção de temperatura para o método do densímetro.

Temperatura (°C)	Fator de correção
16,0	-1,44
16,5	-1,26
17,0	-1,08
18,0	-0,90
18,5	-0,72
19,0	-0,36
19,5	-0,18
20,0	0,00
20,5	0,18
21,0	0,36
21,5	0,54
22,0	0,72
22,5	0,90
23,0	1,08
23,5	1,26
24,0	1,44
24,5	1,62
25,0	1,80
25,5	1,98
26,0	2,16
26,5	2,34
27,0	2,52
27,5	2,70
28,0	2,88
28,5	3,06
29,0	3,24
29,5	3,42
30,0	3,60

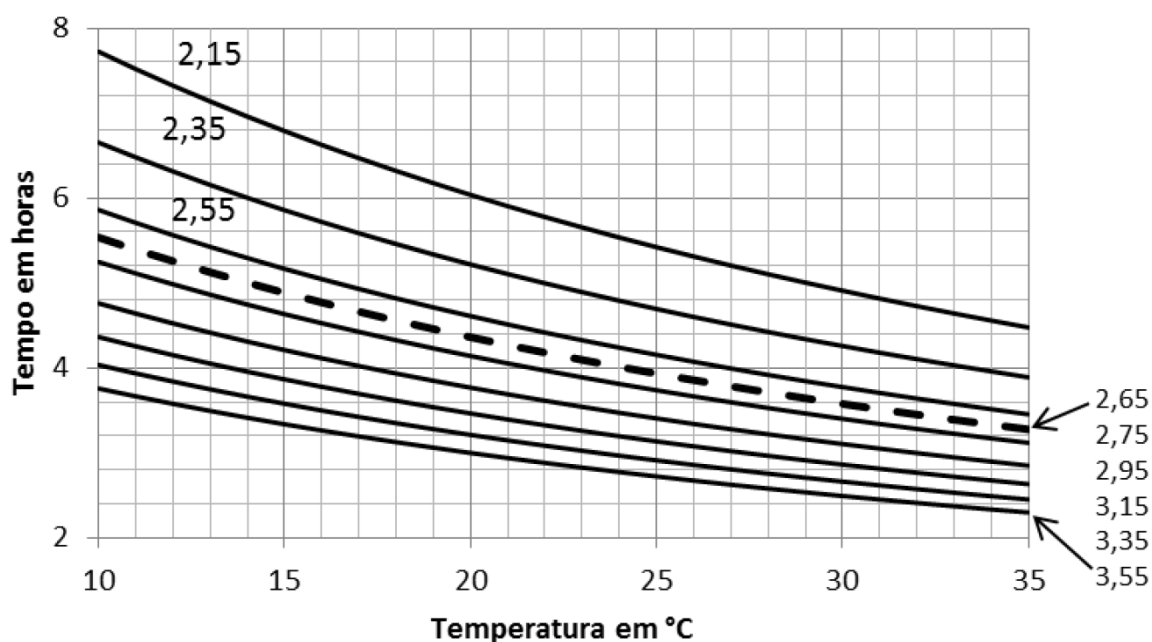


Figura 1. Tempo de sedimentação da fração silte ($0,002 \text{ mm} < \varnothing < 0,05 \text{ mm}$) em função da temperatura da suspensão e da densidade de partículas (valores indicados ao lado ou sobre as curvas do gráfico).

7.1.5.2 Solos Carbonáticos

- Colocar 50,00 g de solo em cápsula de porcelana e adicionar solução de ácido clorídrico diluído 1:10, 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 por 12 horas.
- 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 (destorroar e passar em peneira com malha de 2 mm) e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.
- Usar como dispersante 25 mL de solução de hexametáfosfato de sódio 1 mol L^{-1} tamponada com carbonato de sódio, ou 25 mL da solução de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ + hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.

7.1.5.3 Solos Carbonáticos e com sais solúveis

- Proceder da mesma forma indicada para solos calcários, aplicando o tratamento prévio na amostra conforme descrito no item 7.1.5.2.

7.1.5.4 Solos salinos

- Proceder da mesma forma indicada para solos “normais” (item 7.1.5.1), empregando-se o hexametáfosfato de sódio.

7.1.5.4.1 Observações

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 50,00 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 (destorroar e passar em peneira com malha de 2 mm) e depois pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

7.1.5.5 Solos ricos em matéria orgânica (concentração > 5%)

Empregar o mesmo método indicado para solos normais, utilizando-se como dispersante solução de hidróxido de sódio. Entretanto, previamente submeter a amostra ao pré-tratamento com peróxido de hidrogênio, conforme descrito a seguir:

- Colocar 50,00 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.
- Suspende 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 5 mL de água oxigenada (30%).
- Passar a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro e lavar várias vezes com água (três a cinco vezes).
- Secar a amostra ao ar, homogeneizar (destorroar e passar em peneira com malha de 2 mm) e pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

7.1.6 Cálculo

Calcular os valores das frações de acordo com as expressões descritas no item 7.1.5.1.5, conforme o procedimento (pipeta ou densímetro) utilizado. Calcular o tempo de sedimentação da fração silte, em suspensão aquosa, para uma profundidade de 5 cm, a diversas temperaturas, de acordo com Tabela 2 (item 7.1.5.1.6).

7.1.7 Observação

O laudo deve conter o dispersante utilizado, o tempo e tipo de agitador usado e o método de quantificação das frações finas. Os resultados podem ser expressos em g g^{-1} , g kg^{-1} ou dag kg^{-1} (%). No entanto, a expressão em dag kg^{-1} é mais adequada, pois o método apresenta precisão e reprodutibilidade reportada na faixa de 5% em peso.

7.1.8 Literatura recomendada

ALMEIDA, B. G. de; DONAGEMMA, G. K.; RUIZ, H. A.; BRAIDA, J. A.; VIANA, J. H. M.; REICHERT, J. M. M.; OLIVEIRA, L. B.; CEDDIA, M. B.; WADT, P. S.; FERNANDES, R. B. A.; PASSOS, R. R.; DECHEN, S. C. F.; KLEIN, V. A.; TEIXEIRA, W.G. **Padronização de métodos para análise granulométrica no Brasil**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2012. 11 p. (Embrapa Solos. Comunicado técnico, 66).

BOYOUCOS, G. J. The hydrometer as a new method for the mechanical analysis of soils. **Soil Science**, v. 23, n. 5, p. 343- 354, 1927.

CAMARGO, O. A.; MONIZ, A. C.; JORGE, J. A.; VALADARES, J. M. A. S. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 2009. 77 p. (IAC. Boletim técnico, 106).

CURI, N.; LARACH, J. O. I.; KÄMPF, N.; MONIZ, A. C.; FONTES, L. E. F. **Vocabulário de ciência do solo**. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1993. 89 p.

GAVLAK, R.; HORNECK, D.; MILLER, R. O.; KOTUBYAMACHER, J. **Soil, plant and water reference methods for the western region**. 2nd ed. Logan: Utah State University, 2003. 199 p.

GEE, G. W.; OR, D. Particle size analysis. In: DANE, J. H.; TOPP, G. C. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 4: physical methods. Madison: Soil Science Society of America, 2002. p. 255-293.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

RUIZ, H. A. Incremento da exatidão da análise granulométrica do solo por meio da coleta da suspensão (silte + argila). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 29, n. 2, p. 297-300, 2005.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

VETTORI, L.; PIERANTONI, H. **Análise granulométrica**: novo método para determinar a fração de argila. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1968. 8 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 3).

8. Capacidade de Água Disponível (C)

O conceito de água disponível é definido, usualmente, como o teor de água do solo compreendido entre a Capacidade de Campo (CC) e o Ponto de Murcha Permanente (PMP).

A Capacidade de Campo é definida como o máximo de água que um solo pode reter quando o gradiente de potencial matricial é igual ao gradiente de potencial gravitacional no interior da massa de solo, ou seja, é o valor do conteúdo de água no reservatório do solo que o mesmo consegue reter, em função do equilíbrio das distribuições de potenciais. Na prática é definida como sendo a quantidade de água que um solo pode reter depois de cessada a drenagem natural.

O Ponto de Murcha Permanente é um valor arbitrado em 1.500 KPa, que corresponde ao mínimo teor de água no solo em que as plantas ainda permanecem murchas, não se recuperando mesmo que o ar do ambiente que as envolve esteja saturado de vapor d'água. Portanto, o PMP é atingido quando a água do solo está retida com uma força superior à de sucção das raízes.

Observamos que a quantidade de água disponível é, então, um parâmetro relativo a um intervalo entre as determinações de dois outros parâmetros (CC e PMP). O Ponto de Murcha Permanente, já é pré-estabelecido (1.500 kPa), faltando então, a determinação da Capacidade de Campo.

A Capacidade de Campo é de difícil determinação, sendo influenciada pela textura, estrutura, teor de matéria orgânica, tipos de minerais na fração argila do solo; variação em profundidade de acordo com a sequência de horizontes pedogenéticos, gradiente textural entre horizontes, uniformidade do solo, etc.

A determinação do teor de água na Capacidade de Campo, pode ser realizada através de diferentes métodos, tanto em campo, como em laboratório. O método de campo, considerado padrão, consiste na determinação da CC onde o solo é umedecido por meio de adição de água em uma bacia de represamento ou por sistema de irrigação até completa saturação. Em seguida a superfície é coberta com lona para evitar perdas de água por evaporação. Em intervalos de 12 a 36 horas, são realizadas amostragens para determinação do teor de umidade. Quando a variação da umidade se torna nula ou desprezível, o solo então atingiu a Capacidade de Campo.

Outro método utilizado para determinação da condutividade hidráulica do solo não saturado (perfil instantâneo) pode ser usado para determinação da Capacidade de Campo *in situ*, dado a observação da condutividade hidráulica entre a saturação do solo e o momento em que o movimento da água no perfil atinge valores muito baixos, considerados desprezíveis, atingindo-se neste ponto a Capacidade de Campo. Os valores que podem variar de acordo com diferentes tipos de solos de 1,0; 0,1 e 0,01 mm dia⁻¹, podem ser considerados como fluxo de movimento desprezível, indicando estes pontos de umidade como a de Capacidade de Campo.

O método do perfil instantâneo utiliza de medidas periódicas do potencial mátrico e do conteúdo de água ao longo do perfil do solo durante o processo de redistribuição da água, logo após a saturação do perfil. O potencial matricial é medido por meio de tensiômetros e o conteúdo de água, para o cálculo de sua armazenagem (até a profundidade de interesse), é geralmente medido por sonda de nêutrons, TDR, FDR, tensiômetros, e outros equipamentos, amparados pelas curvas de retenção de água dos solos estudados.

Em laboratório, vários outros métodos são citados na literatura: Equivalente de umidade; Funil de Haines; Centrifugação; Mesa de tensão e Extrator de Richards, etc. Estes métodos impõem uma si-

tuação de energia na amostra, na qual fica retida uma certa quantidade de água que se correlacione com a Capacidade de Campo real do solo.

Não existe unanimidade entre os cientistas de solo sobre a melhor metodologia a ser utilizada para a determinação da Capacidade de Campo, tanto em campo, como em laboratório. Todas as metodologias apresentam seus pontos fortes e pontos fracos, mas as metodologias de determinação no campo (por trabalhar com o sistema natural aberto de trocas energéticas), devem ser preteridas (desde que possível) as metodologias laboratoriais. Todavia, as metodologias de campo são muito trabalhosas, exige um consumo elevado de tempo e mão de obra e só podem ser realizadas em superfícies não vegetadas. Assim sendo, os métodos de laboratório são alternativas para tornar essas determinações menos morosas e mais baratas financeiramente. Porém, as determinações in situ e as aproximações de laboratório devem ser realizadas de modo a se obter uma estimativa indireta fidedigna da Capacidade de Campo, relacionando-a com propriedades físicas do solo como textura e porosidade.

Como já comentado anteriormente, a Capacidade de Água Disponível (C) não é determinada diretamente, nem no campo, nem em laboratório. Para sua obtenção no SiBCTI, é necessário determinar outros dois parâmetros de solo (Capacidade de Campo e Densidade do Solo) e calculá-la através do uso dessa simples fórmula:

$$C_z = \frac{(CC\% - PMP\%) D_z}{100}$$

Em que:

C_z - Camada ou Capacidade ou Lâmina de Água Disponível para a camada Z.

CC% - teor de água na Capacidade de Campo ou Umidade Equivalente, dependendo da textura do solo.

PMP% - teor de água no Ponto de Murcha Permanente.

D_z - Densidade do Solo.

Z - camada considerada (20, 60 ou 120 cm).

No SiBCTI, as informações referentes à Capacidade de Água Disponível deverão ser fornecidas em milímetros e para três camadas: 0-20, 0-60 e 0-120 cm, propiciando que o sistema gere a classificação final da terra avaliada.

Em laboratório, pode-se calculá-la procurando correlacioná-la com a curva característica de retenção de água no solo. Como é uma variável que depende muito da textura do solo, adota-se os seguintes pontos de pressão no aparelho extrator de Richards:

- 10 KPa para solos siltosos e arenosos.
- 33 KPa para solos argilosos de uma maneira geral.
- 100 KPa para solos muito argilosos e orgânicos.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

Algumas metodologias analíticas para a determinação dos parâmetros para calcular a Capacidade de Água Disponível em laboratório, estão descritas a seguir, e são oriundas dos Capítulos 4, 5, 6 e 7 da Parte I (Análises Físicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

8.1 Retenção de Água no Solo pelos Métodos da Mesa de Tensão e da Câmara de Richards¹⁶

8.1.1 Introdução

A retenção de água no solo expressa a energia de ligação da água ao solo, sendo consequência da força gravitacional, das forças capilares e das propriedades de superfície das partículas minerais e orgânicas, que apresentam capacidade de adsorção de água.

Os potenciais da água no solo, que podem ser aplicados por sucção (tensão) ou pressão, serão tratados com seus valores em módulo. Usualmente a umidade das amostras de solo é determinada após equilíbrio nos potenciais de 0 kPa; 1 kPa; 6 kPa; 10 kPa; 33 kPa; 100 kPa; 500 kPa e 1.500 kPa. Com os pares de pontos de potencial e umidade, podem ser ajustadas as curvas características de retenção de umidade do solo e estimados os teores da água disponível. A umidade no potencial de 1.500 kPa é denominada de ponto de murcha permanente (PMP) e, no potencial de 10 kPa ou 33 kPa, de capacidade de campo (CC). A subtração entre CC – PMP resulta na água disponível (AD) para as plantas. A multiplicação da AD por uma espessura de interesse no solo e pela densidade do solo determina a capacidade de água disponível no solo (CAD).

8.1.2 Determinação da retenção de água em mesa de tensão

8.1.2.1 Princípio

A medida da retenção de água em baixos potenciais é executada submetendo-se as amostras de solo previamente saturadas a determinados potenciais de tensão, até cessar a drenagem da água retida nos poros com força menor que o potencial aplicado. As amostras de solo perdem água quando o potencial é maior que as forças de retenção. Determina-se então a umidade da amostra por gravimetria. O equilíbrio com cada potencial aplicado às amostras é avaliado por pesagens sucessivas ou pela observação do fim do escoamento (ou quando este se torna desprezível).

O princípio de funcionamento das mesas de tensão se baseia na remoção de água até uma determinada tensão controlada por meio da aplicação de uma diferença de potencial gerada por uma coluna de água pendente ou bomba de vácuo. Para as mesas de tensão de areia-caolin ou para potenciais maiores que 10 kPa, normalmente é utilizada uma bomba de vácuo para se obter o potencial desejado.

Os potenciais ou tensões aplicados às amostras, comumente, são 0 kPa; 1 kPa; 3 kPa; 6 kPa e 10 kPa para as mesas de tensão de areia e 33 kPa e 50 kPa para as mesas de areiacaolin acopladas à bomba de vácuo.

¹⁶ Autores: Wenceslau Geraldes Teixeira e Silvio Barge Bhering

8.1.2.2 Material e Equipamentos

- Mesa de tensão de areia e/ou areia-caolin.
- Cilindros metálicos.
- Estufa com ajuste de temperatura para 105 °C.
- Dessecador.
- Balança com precisão de 0,001 g.
- Bandeja de plástico ou metal média ou grande com pelo menos 10 cm de altura de borda.
- Tela de náilon.
- Elástico ou liga.
- Tesoura.

8.1.2.3 Reagentes e Soluções

- **Lysoform®.**
- **Solução de sulfato de cobre 0,01 g L⁻¹** – dissolver 10 mg de sulfato de cobre em água destilada ou deionizada e completar o volume para 1 L. Homogeneizar.

8.1.2.4 Procedimento

- Nas amostras coletadas em cilindros metálicos, são afixadas telas de náilon na parte inferior dos cilindros com elástico. Essa tela não pode ter uma malha muito fina, para não reduzir o fluxo da água, nem ser muito grosseira que permita a perda da massa do solo durante a manipulação das amostras.
- Colocar as amostras com a tela e elástico em bandejas, adicionar água desaerada à temperatura ambiente até obter a saturação da amostra por capilaridade. Elevar o nível da água lentamente até cerca de 0,5 cm do topo do cilindro.
- A saturação é verificada visualmente pelo brilho da água na superfície da amostra.
- Após a saturação, pesar as amostras, para “estimativa” do conteúdo de água na saturação, com 0 kPa de potencial. Essa pesagem deve ser feita com os cilindros saturados de forma rápida.

Obs.: os dados são uma estimativa, dado a impossibilidade de evitar perdas de água nesse manuseio.

- Colocar as amostras na mesa de tensão e ajustar a coluna de água ao potencial desejado.

Obs.:

1 - para as mesas de tensão de areia-caolin, o potencial é ajustado num controlador da bomba de vácuo. Comprimir ligeiramente as amostras na mesa para garantir um bom contato entre a superfície das amostras e a mesa de tensão.

2 - no ato de preparo das amostras, antes da saturação, adionar cinco gotas de Lysoform® na superfície do solo, para reduzir o crescimento de fungos. Adicionar 100 mL da solução de sulfato de cobre 0,01 g L⁻¹ na água de saturação, para reduzir o crescimento de algas.

3 - a mesa de tensão deve permanecer coberta para reduzir a perda de água por evaporação. Caso ocorra a germinação de sementes presentes nas amostras, não fazer o arranquio manual, pois esse procedimento pode danificar a estrutura da amostra e causar perda de solo. Nesse caso, deve-se fazer o corte rente ao solo com o auxílio de uma tesoura.

- O equilíbrio entre o potencial aplicado e a água retida na amostra é estimado por meio do controle do efluxo nos tubos de drenagem e no recipiente de coleta dessa água.
- Após o equilíbrio, verificado pela ausência de saída de água no dreno, realizar a pesagem e anotar o resultado.
- Para avaliações sucessivas em diversos potenciais, colocar novamente a amostra na mesa de tensão e ajustar o potencial para o próximo nível, e assim sucessivamente. Para garantir um bom contato com o material poroso da mesa de tensão, pode ser adicionada uma pequena quantidade de água na superfície da mesa antes de retornar as amostras.
- Ao final das avaliações na mesa de tensão, as amostras podem ser levadas às câmaras de Richards para avaliação em potenciais maiores, ou secas em estufas (105 °C), até peso constante, e pesadas para a determinação da massa de solo seco.
- Determinar com paquímetro o volume exato (duas decimais) de cada cilindro utilizado na avaliação. Se esses cilindros forem identificados de forma permanente, os dados da medição do volume e do peso dos cilindros podem ser recuperados, evitando a repetição dessas operações.
- A massa de água (m_a) é obtida pela subtração da massa seca obtida após a secagem em estufa do conjunto (peso do cilindro, peso da tela de náilon e elástico e massa de solo). Desse conjunto, subtrai-se do valor total o peso do cilindro e o peso da tela + elástico. Em casos onde as amostras foram retiradas do cilindro para a secagem, deve ser feito o ajuste para se determinar apenas a massa seca de solo. Nesse cálculo, para a densidade da solução da água contida no solo, assume-se o valor de 1,00 g cm⁻³.

8.1.2.5 Cálculos

8.1.2.5.1 Conteúdo gravimétrico de água

$$CGA_i = \frac{(p_{as} - m_s)}{m_s}$$

Em que:

CGA_i – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em kg kg⁻¹ (para a expressão desse valor em umidade percentual, multiplicar os resultados por 100).

m_s – massa da amostra de solo seca a 105 °C até peso constante, em g.

p_{as} – massa de solo+água contida nas amostras após ser submetida ao potencial estudado, em g.

8.1.2.5.2 Conteúdo volumétrico de água

$$CVA_i = \frac{m_a}{v}$$

Em que:

CVA_i – conteúdo volumétrico de água a determinado potencial (kPa), em $m^3 m^{-3}$.

m_a – massa de água contida na amostra após ser submetida a determinado potencial, em g.

v – volume do cilindro da amostra, em cm^3 .

8.1.2.6 Observações

Para minimizar a proliferação de algas no leito de areia e no reservatório, assim como fungos nas amostras de solo, sugere-se monitorar a saturação das amostras e evitar tempo excessivo de espera para análises após a saturação. O desenvolvimento de fungos pode alterar a agregação das amostras.

O uso de amostras com estrutura indeformada apresenta resultados mais próximos da condição de campo para as baixas tensões, até 500 kPa. Acima desse valor, recomenda-se o uso de amostras destorroadas ou coletadas em cilindros com pequena altura (1 cm), para que o equilíbrio da água retida com a tensão aplicada seja atingido em tempo mais reduzido.

A temperatura do laboratório deve ser controlada, evitando-se grandes variações durante o período de determinação.

Sugere-se o uso de amostras de composição granulométrica e mineralógica similar, quando muitas amostras são realizadas simultaneamente, para garantir tempos de equilíbrio semelhantes entre as amostras, especialmente quando o monitoramento do equilíbrio é feito apenas pelo escoamento realizado de forma coletiva de todas as amostras do conjunto.

8.1.3 Determinação da retenção de água em câmaras de Richards com placas porosas de cerâmica

8.1.3.1 Princípio

As amostras de solos são dispostas em um meio poroso (placa de cerâmica) e dessaturadas até o equilíbrio com um potencial aplicado por pressurização. Para manter a pressurização, as amostras são mantidas em câmaras herméticas, sobre placas porosas de cerâmica, previamente saturadas com água desaerada, providas de um sistema de drenagem, sendo a pressurização fornecida por um sistema com compressores, reguladores de pressão e manômetros.

O potencial (pressão) desejado é ajustado e, conseqüentemente, a água retida com forças menores que o potencial aplicado move-se em direção e através da placa cerâmica, passando para o sistema de drenagem. O equilíbrio é determinado quando a drenagem do efluxo cessa e o conteúdo de água é estimado gravimetricamente por pesagem.

8.1.3.2 Material e Equipamentos

- Câmaras de Richards.

- Placas porosas de cerâmica de 1 bar, 3 bar, 5 bar e 15 bar (100 kPa, 300 kPa, 500 kPa e 1.500 kPa, respectivamente).
- Compressor e sistema de regulação e manômetros.
- Dessecador.
- Estufa com regulação de temperatura para 105 °C.
- Balança semianalítica.
- Espátula de aço inoxidável.
- Anéis de borracha ou PVC, com 5 cm de diâmetro e 1 cm de altura.
- Cilindros metálicos.
- Latas de alumínio para pesagem.
- Elásticos.
- Tela de náilon.
- Tesoura.
- Balão volumétrico de 500 mL e 1 L.

8.1.3.3 Reagentes e Soluções

- **Lisoform®.**
- **Solução de sulfato de cobre 0,01 g L⁻¹** – dissolver 10 mg de sulfato de cobre em água destilada ou deionizada e completar o volume para 1 L. Homogeneizar.
- **Solução de H₂O₂ 10%.**
- **Solução de HCl 1 mol L⁻¹** – adicionar 42 mL de HCl concentrado (d=1,19 g cm⁻³ e 37%) em balão volumétrico de 500 mL previamente preenchido até a metade com água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução de HCl 0,0045 mol L⁻¹** – pipetar 4,5 mL da solução de HCl 1 mol L⁻¹, transferir para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

8.1.3.4 Procedimento

- Os procedimentos para preparo das amostras e para a saturação são os mesmos descritos para as mesas de tensão (item 8.1.2.4).
- As avaliações nas câmaras de Richards podem ser feitas em continuação às avaliações na mesa de tensão ou iniciando as determinações nesse equipamento.
- Selecionar e saturar com água as placas de cerâmica com potencial de valor igual ou ligeiramente superior ao ser estudado.

- As amostras em cilindro são saturadas em bandejas, cujo nível da água vai se aumentando lentamente, até aproximadamente 0,5 cm abaixo do topo do cilindro (a saturação é verificada visualmente pelo brilho da água na superfície da amostra).

Obs.: No ato de preparo das amostras, antes da saturação, adicionar cinco gotas de Lysoform® na superfície do solo, para reduzir o crescimento de fungos. Adicionar 100 mL da solução de sulfato de cobre $0,01 \text{ g L}^{-1}$ na água de saturação, para redução do crescimento de algas. Colocar as amostras saturadas sobre a placa porosa (previamente saturada).

- Para potenciais elevados, em particular para estimativas do ponto de murcha permanente (1.500 kPa), as amostras de solo deverão ser destorroadas. Colocar anéis de borracha ou de PVC sobre a placa porosa de 1.500 kPa, adicionar, no interior dos anéis, de 20 g a 30 g de TFSA.
- Fazer uma ligeira pressão para garantir um bom contato hidráulico entre a amostra e a placa.
- Posicionar ao redor da placa porosa um anteparo (geralmente um anel de plástico rígido, denominado aqui de anel de saturação) e colocar água desaerada, até que o nível desta fique bem próximo da borda dos anéis que contêm as amostras.

Obs.: para obtenção de água desaerada, ferver ou aplicar vácuo.

- Deixar as amostras nessa condição até a saturação, que é determinada visualmente pelo brilho da água na superfície da amostra.
- Após a saturação, retirar o anel de saturação, inclinar levemente a placa, a fim de eliminar o excesso de água.
- Colocar na câmara de Richards apropriada para altas tensões (de acordo com as faixas de tensões).
- Fechar a câmara e apertar os parafusos homoganeamente com torquímetro e abrir os reguladores de pressão gradativamente, até que o manômetro acuse a pressão desejada.

Obs.: as câmaras de Richards de média pressão suportam mais de uma placa porosa, tendo no fundo uma cobertura de membrana de borracha, com uma saída de drenagem para fora da câmara. Um sistema de compressor, ou garrafas de ar comprimido, é necessário para pressurizar as câmaras.

- Certificar que a linha está pressurizada e os reguladores e manômetros indiquem a pressão desejada.

Obs.: a água deverá ser drenada para fora da câmara pelos tubos de drenagem. O borbulhamento excessivo nos tubos de drenagem pode indicar que a placa não estava saturada ou que havia fissuras na placa porosa e, nesse caso, ela deve ser substituída. Avaliar o efluxo no tubo de drenagem até que o volume seja nulo ou desprezível.

- Aliviar a pressão nas câmaras, retirar as placas e transferir as amostras rapidamente para as latas, com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável.

Obs.: Assegurar que a pressão nas câmaras de Richards esteja zerada antes de desapertar os parafusos da câmara.

- Realizar a pesagem o mais rapidamente possível. Preparar previamente uma quantidade de latas de alumínio numeradas e de peso conhecido, igual ao número de amostras.

- Após a pesagem e anotações, colocar as amostras em estufa a 105 °C, até peso constante, normalmente atingido em 24 horas.
- Retirar as amostras, deixar esfriar e pesar novamente.
- Para amostras em cilindro, a massa de água (m_a) é obtida pela subtração da massa seca obtida após a secagem em estudo do conjunto (peso do cilindro, peso da tela de náilon e elástico e massa de solo). Desse conjunto se subtrai do valor total o peso do cilindro e peso da tela + elástico. Caso as amostras tenham sido retiradas do cilindro para a secagem, deve ser feito o ajuste para se determinar apenas a massa seca de solo. Nesse cálculo, para a densidade da solução da água contida no solo, assume-se o valor de 1,00 g cm⁻³.

8.1.3.5 Cálculos

8.1.3.5.1 Conteúdo gravimétrico de água

$$CGA_i = \frac{(p_{as} - m_s)}{m_s}$$

Em que:

CGA_i – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em kg kg⁻¹ (para expressão desse valor em umidade percentual, multiplicar os resultados por 100).

m_a – massa de solo seco a 105 °C após atingir peso constante, em g.

p_{as} – massa de solo + água da amostra após ser submetida ao potencial estudado, em g.

8.1.3.5.2 Conteúdo volumétrico de água

$$CVA_i = \frac{m_{ag}}{V}$$

Em que:

CVA_i – conteúdo volumétrico de água a determinado potencial (kPa), em m³ m⁻³.

m_{ag} – massa de água contida na amostra após equilíbrio hidráulico a determinado potencial, em g.

V – volume do cilindro da amostra, em cm³.

8.1.3.5.3 Conteúdo gravimétrico de água no potencial de 1.500 kPa

$$PMP = \frac{(a - b)}{b}$$

Em que:

PMP – ponto de murcha permanente (conteúdo gravimétrico de água no potencial de 1.500 kPa), em kg kg⁻¹.

a – massa da amostra de solo após ser equilibrada no potencial de 1.500 kPa, em g.

b – massa de solo seco a 105 °C após atingir peso constante, em g.

8.1.3.6 Observações

Para minimizar a proliferação de algas no leito de areia e no reservatório, assim como fungos nas amostras de solo, sugere-se monitorar a saturação das amostras para evitar tempo excessivo com água. O desenvolvimento de fungos pode alterar a agregação das amostras.

As placas porosas devem ser limpas periodicamente, utilizando-se uma solução de H₂O₂ 10% para destruição de resíduos orgânicos e uma solução de 0,0045 mol L⁻¹ de HCl para remoção de depósitos de carbonatos, especialmente em regiões onde se analisam muitos solos com carbonatos. Uma bucha de cerdas duras deve ser friccionada com vigor sobre a placa para a remoção dos detritos que entopem os poros e reduzem a permeabilidade das placas.

Sugere-se o uso de amostras de composição granulométrica e mineralógica similar em cada bateria de análise para garantir tempos de equilíbrio semelhantes entre as amostras, especialmente quando o monitoramento do equilíbrio é feito apenas pelo escoamento realizado de forma coletiva de todas as amostras do conjunto.

Para conversão do conteúdo de água gravimétrico (kg kg⁻¹) para o conteúdo de água volumétrico (m³ m⁻³), os valores gravimétricos deverão ser multiplicados pelos valores da densidade do solo (kg dm⁻³ ou g cm⁻³).

As câmaras de Richards não são os equipamentos recomendados para potenciais menores que 100 kPa, sendo que, para esses potenciais, deve ser utilizada preferencialmente a mesa de tensão.

8.1.4 Literatura recomendada

CARTER, M. R. (Ed.). **Soil sampling and methods of analysis**. Boca Raton: Lewis Publishers, 1993. 823 p.

DANE, J. H.; HOPMANS, J. W. Soil water retention and storage. In: DANE, J. H.; TOPP, C. G. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 4: physical methods. Madison: Soil Science Society of America, 2002. p. 671-720.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

RICHARDS, L. A. Physical conditions of water in soil. In: BLACK, C. A.; EVANS, D. D.; ESNMINGER, L. E.; CLARK, F. E. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 1: physical and mineralogical properties. Madison: American Society of Agronomy, 1965. p. 128-152.

RICHARDS, L. A. Pressure-membrane apparatus, construction and use. **Agricultural Engineering**, v. 28, p. 451-454, 1947.

RICHARDS, L. A.; WEAVER, L. R. Fitten-atmosphere percentage as related to the permanent wilting percentage. **Soil Science**, v. 56, n. 5, p. 331-340, 1943.

SMITH, K. A.; MULLINS, C. E. (Ed.). **Soil analysis**: physical methods. New York: M. Dekker, 1993. 620 p.

8.2 Retenção de Água no Solo pelo Método do Psicômetro¹⁷

8.2.1 Introdução

A determinação do potencial mátrico da água no solo com a utilização de psicômetro é simples e de rápida execução, sendo muito útil para a quantificação da retenção de água no solo especialmente nas faixas mais secas.

8.2.2 Princípio

O método consiste em três etapas: a preparação e umedecimento da amostra (TFSA), o período de equilíbrio (redistribuição da água na amostra) e a determinação propriamente dita. Os potenciais da água no solo, que podem ser aplicados por sucção (tensão) ou pressão, serão tratados com seus valores em módulo. A determinação do potencial mátrico de água em potenciais maiores que 1.000 kPa é obtida pela medida da umidade do ar em equilíbrio com a amostra.

O psicômetro consta de um sistema cuja gaveta conduz uma amostra de solo úmido, com estrutura deformada, para dentro de uma câmara hermeticamente fechada. A umidade na câmara equilibra-se com o potencial da água no solo, sendo este calculado com base na temperatura do solo e do ar, no ponto de orvalho. Obtém-se assim o potencial mátrico da água no solo em distintas umidades de uma amostra de solo.

8.2.3 Material e Equipamentos

- Conta-gotas.
- Psicômetro.
- Cápsulas específicas do psicômetro em aço inox, com tampa plástica.
- Balança com precisão de 0,0001 g.
- Estufa.

8.2.4 Procedimento

8.2.4.1 Preparação da amostra

- Pesar cerca de 3 g de solo (TFSA) e colocar em cápsulas de aço inox.
- Umedecer o solo o mais uniformemente possível, com 1 mL de água destilada utilizando um conta-gotas.
- Acomodar manualmente e nivelar a superfície do solo na cápsula, comprimindo-o levemente.
- Fechar hermeticamente a cápsula com uma tampa de plástico, e deixá-la em repouso por 24 horas para que ocorra a redistribuição da água em toda a amostra.
- Antes da determinação, destampar a amostra e deixar equilibrar por 1 hora com a temperatura do ambiente onde está o psicômetro.

¹⁷ Autor: Wilson Antônio Klein

8.2.4.2 Determinação do potencial mátrico

- Para a utilização do psicrômetro, o ambiente deve ser climatizado com temperatura e umidade relativa controladas, com pequenas variações, uma vez que variações de temperatura afetam as determinações.
- Ligar o psicrômetro com antecedência mínima de 30 minutos.
- Inserir a cápsula com solo na gaveta do psicrômetro, fechando-a. Determinar a temperatura da amostra no solo e no interior do psicrômetro.
- Buscar o equilíbrio entre a temperatura das amostras e do bloco do psicrômetro, efetuando os ajustes no aparelho.
- Quando a temperatura do interior do aparelho estiver mais quente que a da amostra, esta deve ser aquecida automaticamente por um bloco aquecedor até que ocorra o equilíbrio. Nessa condição, a determinação demora muito. Então é preciso ajustar o sistema do psicrômetro, diminuindo-se a temperatura interna por meio do painel de controle.
- Por outro lado, se a amostra estiver mais quente do que o ar do interior do aparelho, aparece a mensagem “amostra muito quente”, não permitindo a análise. Será necessário ajustar a temperatura no painel de controle do psicrômetro.
- Ocorrendo o equilíbrio da temperatura, a análise é iniciada, após determinado tempo (aproximadamente 5 minutos), sendo emitidos um sinal sonoro e um luminoso e apresentadas as leituras de potencial em kPa e pF ($pF = \log$ do potencial em cm de coluna de água).
- Anotar o potencial e pesar a amostra com a cápsula, anotando a massa total (massa de solo úmido + massa da cápsula).
- Deixar a cápsula no ambiente para perda de água e, após algum tempo, repetir a determinação. Assim, o potencial tornar-se-á cada vez mais elevado.
- Após a realização dessas determinações, a amostra é 50 Manual de Métodos de Análise de Solo levada para estufa a 105 °C para secagem até peso constante e obtenção da massa de solo seco.
- A partir de um conjunto de pontos de potencial e conteúdo gravimétrico de água, é possível obter a curva característica da retenção de água no solo.
- Com no mínimo seis pontos a partir da equação de ajuste, pode-se obter o conteúdo gravimétrico de água do solo à base de massa para o potencial de 1.500 kPa.

8.2.5 Cálculos

8.2.5.1 Conteúdo gravimétrico de água

$$CGA_i = \frac{m_{ag}}{m_s}$$

Em que:

CGA_i – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em $kg\ kg^{-1}$.

m_{ag} – massa de água, em g.

m_s – massa de solo seco a 105 °C após atingir peso constante, em g.

8.2.5.2 Conteúdo volumétrico de água

$$CVA_i = CGA_i \cdot D_s$$

Em que:

CVA_i – conteúdo volumétrico de água a determinado potencial (kPa), em $m^3 m^{-3}$ (normalmente assume-se que o valor da densidade da água é igual a $1,00 g cm^{-3}$).

CGA_i – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em $kg kg^{-1}$.

D_s – densidade do solo calculada usando amostra com estrutura indeformada, em $kg dm^{-3}$ (equivalente a $g cm^{-3}$) (item 8.4.3).

8.2.6 Observações

Para utilizar os resultados obtidos em cálculo de armazenagem de água no solo ou mesmo na curva de retenção de água no solo, é preciso obter o conteúdo volumétrico do solo (CVA).

A vantagem da utilização da cápsula de metal em relação à de plástico é que aquela permite realizar várias determinações de potencial de água na mesma amostra de solo.

Estudos têm demonstrado que o psicrômetro é eficiente na determinação em potenciais maiores que 1.000 kPa.

A priori, o equipamento não permite estabelecer o potencial, que é medido por interpolação. Para isso, determinações abaixo e acima desse potencial (1.500 kPa) devem ser obtidas, para ajuste de uma equação linear (reta) e determinação por estimativa do ponto de murcha permanente.

8.2.7 Literatura recomendada

DECAGON DEVICES. **WP4C Dew Point PotentiaMeter operator's manual**. Disponível em:

<http://manuals.decagon.com/Manuals/13588_WP4C_Print.pdf>. Acesso em: 8 dez. 2017.

KLEIN, V. A. **Física do solo**. 3. ed. Passo Fundo: Ed. Da EDIUPF, 2014. 263 p.

KLEIN, V. A.; MARCOLIN C. D. Utilização do psicrômetro WP4 -T para determinação do potencial da água no solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE MANEJO E CONSERVAÇÃO DO SOLO E DA ÁGUA, 17., 2008, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Embrapa Solos: SBCS, 2008.

KLEIN, V. A.; REICHERT, J. M.; REINERT, J. D. Água disponível em um Latossolo Vermelho argiloso e murcha fisiológica das culturas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 10, n. 3, p. 646-650, 2006.

SCANLON, B. R.; ANDRASKI, B. J.; BILSKIE, J. Water potential: miscellaneous methods for measuring matric or water potential. In: DANE, J. H.; TOPP, G. C. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 4: physical methods. Madison: Soil Science Society of America, 2002. p. 643-670.

8.3 Retenção de Água do Solo pelo Método da Centrífuga¹⁸

8.3.1 Introdução

O método da centrífuga para determinação da curva característica de retenção de água do solo apresenta algumas vantagens em relação aos métodos da mesa de tensão ou câmaras de pressão, tais como: i) rapidez, pois dispensa a espera pelo tempo de equilíbrio superior a 24 horas por ponto; ii) requer uma única saturação, o que minimiza os efeitos da histerese e iii) não apresenta paralisação de secamento por interrupção de contato entre amostra e placa, comum no método da placa porosa em amostras de solos expansivos, com minerais de argila 2:1.

Como desvantagem, ocorre a compactação da amostra ao longo do processo. Entretanto, espera-se que o efeito dessa compactação na acurácia dos resultados seja muito pequeno, pois ocorre de forma mais acentuada em rotações (e consequentemente tensões) mais elevadas, onde o efeito da estrutura do solo na retenção de água tende a ser menos importante que os efeitos da granulometria e da mineralogia.

No método da centrífuga, o período de centrifugação da amostra para determinação de cada ponto é de grande importância na acurácia dos resultados, pois afeta principalmente os valores de umidade nas tensões mais elevadas, alterando, portanto, o teor de água residual. Para solos do Cerrado, é necessário um tempo superior a 80 minutos. Por segurança, tem-se adotado em análises de rotina o tempo de centrifugação de 2 horas por ponto, independentemente do tipo de solo.

8.3.2 Princípio

A centrifugação de uma amostra de solo previamente saturada gera um potencial crescente ao longo de seu comprimento (altura da amostra ao longo do anel volumétrico). Com base nesse princípio, é possível calcular a velocidade angular de uma centrífuga (W) em rotações por minuto para uma dada tensão que se queira aplicar à amostra (h), expressa em kPa.

Considera-se uma tensão média na amostra centrifugada, uma vez que na prática haverá, após a centrifugação, um gradiente de umidade ao longo da amostra (mais seco na parte superior, mais úmido na parte inferior). O potencial matricial médio de uma amostra centrifugada não ocorre necessariamente no seu ponto médio, uma vez que esse gradiente de umidade não é linear. Para mais detalhes, consultar Freitas Júnior e Silva (1984), Silva e Azevedo (2002), Smagin et al. (1998) e Smagin (2012).

8.3.3 Material e Equipamentos

- Centrífuga com velocidade máxima superior a 10.000 rpm, ou que possibilite reproduzir a tensão de 1.500 kPa.
- Bandeja com pelo menos 5 cm de altura para saturação das amostras.
- Discos de papel de filtro de aproximadamente 90 mm de diâmetro ou “fralda” de tecido sintético cortado em círculo presa à parte inferior do anel volumétrico com elástico.
- Discos de papel de filtro de aproximadamente 50 mm de diâmetro.

¹⁸ Autores: Marcos Aurélio Carolino de Sá e João Herbert Moreira Viana

- Espátula com largura aproximada de 1,5 cm a 2,0 cm.
- Espátula com largura aproximada de 5 cm.
- Placa de Petri ou recipiente similar em alumínio.
- Balança de precisão com aproximação de 0,1 g.
- Estufa com controle de temperatura até 105 °C – 110 °C.

8.3.4 Procedimento

- Definir para a centrífuga a ser utilizada as relações entre rotação e tensão aplicadas à amostra (vide item 8.3.6 e Tabela 4).
- Saturar as amostras por capilaridade por no mínimo 24 horas. Para tanto, colocá-las em bandeja com um disco de papel de filtro de 90 mm de diâmetro embaixo de cada amostra (ou “fralda”), tomando-se o cuidado de não perder solo.

Obs.: colocar as amostras na bandeja na mesma posição do perfil em que foram coletadas (parte superior para cima e parte inferior para baixo).

- Adicionar lentamente água destilada ou deionizada (desde que não cause dispersão da amostra), deixando uma lâmina de aproximadamente 4 cm a 4,5 cm de altura (nunca deixar a amostra submersa).

Obs.: em algumas amostras, a saturação pode ser dificultada pela presença de matéria orgânica com características hidrofóbicas, ou solos muito coesos e/ou compactados. Nesse caso, se a amostra apresentar aspecto seco em sua superfície após algumas horas na água, gotejar cuidadosamente álcool etílico comercial 56 Manual de Métodos de Análise de Solo (92 °GL ou similar) diretamente na superfície do solo com uma seringa ou pipeta, sem desestruturá-lo (normalmente 1mL a 3 mL são suficientes). Pode-se recorrer ao uso de vácuo para auxiliar a eliminação de bolhas, com o cuidado de não permitir o borbulhamento forte no topo da amostra (muito vácuo ou pressões negativas extremamente baixas), que deforma a estrutura e causa perda de material.

- Retirar cuidadosamente as amostras saturadas da bandeja, com auxílio de uma espátula larga, e rapidamente determinar a massa da amostra saturada + anel volumétrico, para obtenção do teor de água na tensão 0 kPa e da porosidade total.
- Secar com pano ou toalha absorvente a água aderida às paredes externas do anel. Para facilitar a pesagem, ao retirar a amostra da água e evitar/minimizar a perda de solo, posicionar uma placa de Petri ou recipiente similar de alumínio previamente tarado por cima da amostra, virando amostra e placa de modo que sua parte inferior fique voltada para cima. Retirar o papel de filtro (ou fralda). Se uma parte do solo da amostra ficar aderida ao papel, retirar cuidadosamente com a espátula fina e devolvê-la à amostra. Colocar a placa com o anel na balança. Anotar a massa.
- Posicionar na parte inferior da amostra (parte voltada para cima) um disco de papel filtro com diâmetro de 50 mm ou com o diâmetro exato do recipiente suporte. Encaixar o recipiente suporte na amostra (de cima para baixo) e virá-lo junto com a amostra e a placa, de modo que a parte superior da amostra volte a ficar para cima. Retirar a placa de Petri. O papel filtro ficará entre a amostra e a placa perfurada (Figura 2c).

Obs.: Normalmente as centrífugas operam com quatro amostras por vez. Elas devem estar balanceadas (com aproximação de 0,1 g ou conforme recomendações do fabricante da centrífuga), para evitar vibração e danos ao rotor. Para tanto, pesar cada recipiente completo com sua respectiva amostra, anotar o de maior peso e, se necessário, adicionar contrapesos sobre as amostras dos recipientes de menor peso, visando equilibrá-los. Esse procedimento é importante, sobretudo se numa bateria existirem amostras com diferentes graus de compactação ou mesmo granulometria (arenosas e argilosas), cujas densidades podem ser contrastantes. Algumas centrífugas dispõem de mecanismo que impede seu funcionamento, se desbalanceadas.

Tampar e posicionar os recipientes com as amostras (e respectivos contrapesos) na centrífuga, anotando-se suas posições no rotor (normalmente identificadas com números). Ajustar o controle de temperatura da centrífuga para manter a amostra próxima de 20 °C durante todo o processo.

Aplicar a primeira rotação por 2 horas.

- Retirar as amostras da centrífuga e, com auxílio de uma espátula fina, retirar os contrapesos, se houver. Determinar a massa de cada amostra + anel volumétrico.
- Voltar cada amostra para seu respectivo recipiente com o papel de filtro e balanceá-los novamente. Colocá-los na centrífuga e aplicar nova rotação por 2 horas.
- Repetir o processo até que seja determinado o último ponto da curva, quando as amostras devem ser novamente pesadas e secadas em estufa a 105 °C por 24 horas ou até peso constante.
- Retirar as amostras da estufa e deixar esfriar (de preferência em dessecador) e determinar a massa da amostra seca + anel volumétrico.
- Retirar o solo seco de dentro do anel volumétrico (o mesmo pode ser descartado ou destorroado e peneirado para outras análises como densidade de partículas).
- Lavar o anel volumétrico, e, após seco, determinar sua massa. Com paquímetro, medir diâmetro e altura do anel para cálculo do volume, que será utilizado no cálculo da densidade do solo.

8.3.5 Cálculos

8.3.5.1 Velocidade angular de uma centrífuga que possui rotor basculante ou móvel para uma dada tensão

$$W = \left(\frac{60}{2 \cdot \pi} \sqrt{\frac{6 \cdot 981 \cdot 10,1957}{L \cdot (3r_e - L)}} \right) \cdot (\sqrt{h})$$

Em que:

W – velocidade angular da centrífuga, em rpm.

π – pi (3,14159).

L – comprimento da amostra ao longo do eixo da centrífuga (altura do anel volumétrico), em cm (Figura 2a).

r_e – raio externo da amostra tendo como referência o eixo da centrífuga, em cm (Figura 2a).

h – tensão média de água na amostra, em kPa.

8.3.5.2 Velocidade angular de uma centrífuga que possui rotor fixo para uma dada tensão

$$h = (0,0055 \cdot W^2 \cdot (r_e^2 - r_i^2) \cdot \cos \alpha) + (g \cdot L \cdot \sin \alpha)$$

Em que:

h – tensão média de água na amostra, em kPa.

W – velocidade angular da centrífuga, em rpm.

r_e – raio externo da amostra, tendo como referência o eixo da centrífuga até o topo da amostra, em m (Figura 2b).

r_i – raio interno da amostra, tendo como referência o eixo da centrífuga até a altura da água livre abaixo da amostra ou até o limite inferior da amostra, em m (Figura 2b).

α – ângulo entre o plano de rotação e o eixo de simetria da amostra.

g – aceleração da gravidade ($9,80665 \text{ m s}^{-2}$).

L – comprimento da amostra (altura da amostra no anel volumétrico), em m (Figura 2b).

8.3.5.3 Conteúdo gravimétrico de água

$$CGA = \frac{m_{ag}}{m_s}$$

Em que:

CGA – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em kg kg^{-1} .

m_{ag} – massa de água (massa da amostra de solo úmido mais a massa do anel, após a saturação ou após cada tensão aplicada, subtraída do peso do anel vazio, limpo e seco), em g.

m_s – massa de solo seco (massa da amostra mais a massa do anel, após secagem em estufa a 105°C – 110°C após atingir peso constante, subtraídas da massa do anel vazio, limpo e seco), em g.

8.3.5.4 Conteúdo volumétrico de água

$$CVA_i = CGA_i \cdot D_s$$

Em que:

CVA_i – conteúdo volumétrico de água a determinado potencial (kPa), em $\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$ (normalmente assume-se que o valor da densidade da água é igual a $1,00 \text{ g cm}^{-3}$).

CGA_i – conteúdo gravimétrico de água a determinado potencial (kPa), em kg kg^{-1} .

D_s – densidade do solo calculada usando amostra com estrutura indeformada, em g cm^{-3} (item 8.3.5.5).

8.3.5.5 Densidade do solo

$$D_s = \left(\frac{m_s}{V} \right)$$

Em que:

D_s – densidade do solo calculada considerando a amostra com estrutura indeformada, em g cm^{-3} .

m_s – massa de solo seco mesmo deformado ou compactado após centrifugação (massa da amostra mais a massa do anel, após secagem em estufa a 105°C até atingir peso constante, subtraídas da massa do anel vazio, limpo e seco), em g.

V – volume do cilindro, que corresponde ao volume original da amostra indeformada, em cm^{-3} .

8.3.6 Observações

As amostras de solo indeformadas devem ser coletadas em anéis volumétricos de 51 mm de altura por 50 mm de diâmetro (ou adequados ao modelo da centrífuga). Caso se queira determinar a condutividade hidráulica nas mesmas amostras, fazê-lo antes de determinar a curva de retenção de água pelo método da centrífuga, dada a compactação que ocorre durante o processo.

As amostras acondicionadas no anel a partir da TFSA ou de amostras destorroadas também podem ser usadas para a obtenção dos valores de retenção em valores de tensão elevados (<100 kPa), ou de materiais já originalmente inconsolidados e sem estrutura desenvolvida, como sedimentos e substratos. Os valores mais precisos da retenção de água em baixas tensões dependem da manutenção da macroporosidade de campo, perdida ao se destorroar a amostra.

A centrífuga deve ter velocidade máxima superior a 10.000 rpm, ou que possibilite reproduzir na amostra o valor pF 4,18, correspondente à tensão de 1.500 kPa. O equipamento deve possuir também controle de temperatura (refrigeração) e deve estar adaptada para operar com rotores adequados para centrifugar anéis volumétricos padrão, de 51 mm de altura por 50 mm de diâmetro. Em tais rotores, as amostras são colocadas em recipientes (Figura 2c) que são normalmente confeccionados em alumínio ou material leve que resista à deformação durante a centrifugação. Também é interessante que a centrífuga disponha de controle automático da rotação, para minimizar efeitos de oscilações de tensão na rede elétrica que podem alterar a rotação e interferir na acurácia dos resultados.

Algumas centrífugas não permitem a regulagem de valores exatos de rotação conforme apresentados na Tabela 4 (ex.: 535 rpm = 6,0 kPa; 2.184 rpm = 100 kPa), mas apenas regulagens em intervalos a cada 10 rpm até uma dada rotação (ex.: 530 rpm; 540 rpm; 550 rpm) e em rotações mais elevadas, regulagens a cada 100 rpm (ex.: 2.000 rpm; 2.100 rpm; 2.200 rpm). Nesse caso, sugere-se regular a centrífuga para o valor mais próximo (ex.: 540 rpm e 2.200 rpm), e as tensões realmente aplicadas serão, respectivamente, 6,12 kPa e 101,49 kPa, tendo por base Freitas Júnior e Silva (1984) e Silva e Azevedo (2002). As diferenças entre a tensão prevista e a realmente aplicada serão neste caso de 2,00% e 1,49%. Se necessário, para minimizar esse erro, utilizar os valores de tensão reais aplicados pela centrífuga no ajuste da curva por regressão.

Tabela 4. Valores de rotação (W) calculados em função da tensão média na amostra de solo em kPa com base em equação do item 6.5.1, apresentada por Silva e Azevedo (2002), para uma centrífuga com raio externo ($r_e = 9,2$ cm), comprimento da amostra ao longo do eixo da centrífuga ($L = 5,1$ cm). São apresentadas também outras unidades de tensão mátrica comumente encontradas em literatura nacional e internacional, e respectivos fatores de conversão.

W	Tensão mátrica (h)		Outras unidades usuais de tensão mátrica (h)			
	rpm	Kpa	pF	hPa	atm	bar
120	0,3	0,48	3	0,00	0,00	0,03
218	1,0	1,00	10	0,01	0,01	0,10
378	3,0	1,48	30	0,03	0,03	0,29
535	6,0	1,78	60	0,06	0,06	0,59
691	10,0	2,00	100	0,10	0,10	0,98
977	20,0	2,30	200	0,20	0,20	1,96
1.196	30,0	2,48	300	0,30	0,30	2,94
1.544	50,0	2,70	500	0,49	0,50	4,90
1.953	80,0	2,90	800	0,79	0,80	7,85
2.184	100,0	3,00	1.000	0,99	1,00	9,81
4.368	400,0	3,60	4.000	3,95	4,00	39,23
5.349	600,0	3,78	6.000	5,92	6,00	58,84
6.906	1.000,0	4,00	10.000	9,87	10,00	98,07
8.458	1.500,0	4,18	15.000	14,80	15,00	147,10

O sistema internacional de unidades adota como unidade de pressão/tensão o Pascal (Pa = N m⁻²) e seus múltiplos, sendo: hPa = hectopascal (1hPa = 100 Pa) e kPa = kilopascal (1kPa = 1.000 Pa). Outras unidades: pF = logaritmo base 10 da pressão em hPa ou cm de água; atm = atmosfera padrão (1 atm = 101.325 Pa); bar (1 bar = 100.000 Pa); mca = metros de coluna de água (1 mca = 9.806,65 Pa).

8.3.7 Referências

FREITAS JÚNIOR, E. de; SILVA, E. M. da. Uso da centrífuga para determinação da curva de retenção de água do solo, em uma única operação. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 19, n. 11, p. 1423-1428, nov. 1984.

SILVA, E. M. da; AZEVEDO, J. A. de. Influência do período de centrifugação na curva de retenção de água em solos de Cerrado. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, DF, v. 37, n. 10, p. 1487-1494, out. 2002.

SMAGIN, A. V. Column-centrifugation method for determining water retention curves of soils and disperse sediments. **Eurasian Soil science**, v. 45, n. 4, p. 416-422, 2012.

SMAGIN, A. V.; SADOVNIKOVA, N. B.; BEN ALI, M. M. The determination of the primary hydrophysical function of soil by the centrifuge method. **Eurasian Soil science**, v. 31, n. 11, p. 1237-1244, 1998.

8.3.8 Anexo

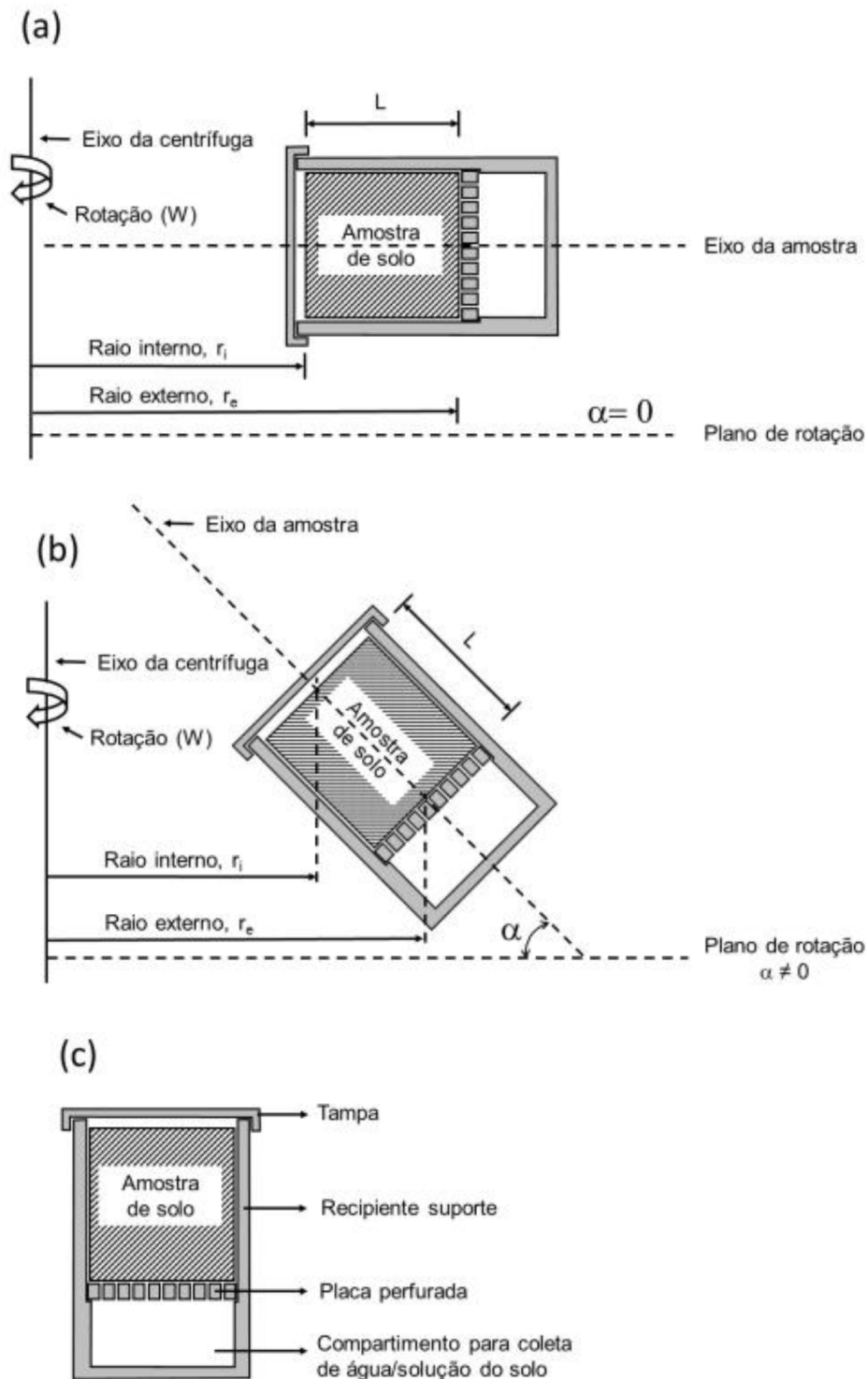


Figura 2. Representação esquemática de uma amostra de solo em uma centrífuga onde as amostras giram paralelas ao plano de rotação, na qual se aplica a equação de Silva e Azevedo (2002) (a); em uma centrífuga de rotor fixo onde o eixo das amostras forma um ângulo com o plano de rotação, sendo necessária a correção pela equação 6.5.2, proposta nos trabalhos de Smagin et al. (1998) e Smagin (2012) (b); e do recipiente suporte (c), no qual a amostra (anel volumétrico) é colocada para centrifugação.

8.4 Densidade do Solo¹⁹

8.4.1 Introdução

O método de determinação da densidade do solo visa medir a densidade média de um volume conhecido de solo, estando a densidade relacionada com a porosidade total e com a composição orgânica e mineralógica média do solo.

8.4.2 Princípio

A determinação da densidade do solo envolve duas etapas, sendo a obtenção da massa da amostra por pesagem e a determinação de seu volume. O volume pode ser obtido por meio da coleta de amostra com cilindro de volume conhecido ou por meio da medição do volume de um fragmento (torrão ou monolito), adequadamente amostrado com sua estrutura preservada.

A massa da amostra é obtida por meio de sua pesagem após secagem em estufa, e o volume, por meio da medida do volume interno do cilindro metálico utilizado na coleta ou por meio da medida do volume do líquido deslocado pelo torrão parafinado ou monolito impermeabilizado.

8.4.3 Métodos

8.4.3.1 Método do cilindro volumétrico

8.4.3.1.1 Princípio

Obtenção da massa por pesagem e do volume pela coleta de amostras de solo com estrutura indeformada por meio de um cilindro de volume interno conhecido.

8.4.3.1.2 Material e Equipamentos

- Cilindro (anel) volumétrico de 100 cm³.
- Lata de alumínio ou outro com no mínimo 150 cm³ de volume.
- Paquímetro.
- Balança com capacidade para 200 g e com precisão de 0,01 g.
- Estufa com ajuste de temperatura para 105 °C.

8.4.3.1.3 Procedimento

- Coletar a amostra com o uso de cilindro metálico. A amostragem deve ser feita com cuidado, evitando-se a compactação do solo no interior do cilindro, por meio da escavação do solo ao redor do cilindro, na medida em que ele é inserido no solo.
- Medir e anotar em triplicata as dimensões do cilindro que contém a amostra usando um paquímetro. Com esses dados, calcular o volume do cilindro.

¹⁹ Brivaldo Gomes de Almeida; João Herbert Moreira Viana; Wenceslau Geraldes Teixeira e Guilherme Kangussu Donagemma

- Remover a amostra do cilindro e transferir para o recipiente numerado e de massa conhecida.
- Secar em estufa a 105 °C por 48 horas, retirar, deixar esfriar em dessecador e pesar.

8.4.3.1.4 Cálculo

$$D_s = \frac{m_a}{V}$$

Em que:

D_s – densidade do solo, em kg dm^{-3} (equivalente a g cm^{-3}).

m_a – massa da amostra de solo seco a 105 °C até peso constante, em g.

V – volume do cilindro, em cm^3 .

8.4.3.1.5 Observações

Em geral, o método é adequado para solos bem estruturados.

É conveniente amostrar com solo úmido (friável). Solos muito secos poderão ser umedecidos para uma coleta mais adequada, se a umidade atual não for de interesse. Para alguns solos (expansíveis), é recomendado descrever a umidade ou potencial do solo no momento da coleta.

Os cilindros deverão ter um corte em bixel para facilitar sua penetração no solo e evitar a compactação das amostras dentro do cilindro. A inserção do cilindro no solo se faz por percussão ou com o uso de macacos hidráulicos.

Podem ser utilizados cilindros com outros volumes. Evitar volumes menores de 50 cm^3 . Em horizontes superficiais e ou solos com indicação de grande heterogeneidade estrutural aumentar o volume de cilindros coletados para a caracterização.

8.4.3.2 Método da proveta

8.4.3.2.1 Princípio

Obtenção da massa por pesagem após compactação da amostra de solo em uma proveta até o volume pré-determinado.

8.4.3.2.2 Material e Equipamentos

- Balança com precisão de 0,01 g.
- Proveta graduada de 100 mL.
- Manta de borracha de 5 mm de espessura.
- Estufa com ajuste de temperatura para 105 °C.
- Dessecador.

8.4.3.2.3 Procedimento

- Pesar uma proveta de 100 mL.
- Determinar a umidade da amostra em base gravimétrica.
- Encher a proveta com solo, colocando, de cada vez, aproximadamente 35 mL, deixando cair de uma só vez e em seguida compactar o solo batendo a proveta 10 vezes sobre manta de borracha de 5 mm de espessura, com altura de queda de cerca de 10 cm.
- Repetir essa 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.

8.4.3.2.4 Cálculo

$$D_s = \frac{m \cdot f}{V}$$

Em que:

D_s – densidade do solo, em kg dm^{-3} (equivalente a g cm^{-3}).

m – massa da amostra de solo (TFSA), em g.

V – volume de solo na proveta, em cm^3 .

f – fator de correção de umidade da amostra (item 3.5).

8.4.3.2.5 Observação

Essa determinação só apresenta resultados comparáveis aos obtidos pelo método do cilindro para solos arenosos, não sendo recomendável para solos de granulometria mais fina.

8.4.3.3 Método do torrão parafinado

8.4.3.3.1 Princípio

Obtenção da massa por pesagem e do volume pelo deslocamento de líquido após a impermeabilização de um torrão com parafina fundida.

8.4.3.3.2 Material e Equipamentos

- Parafina sólida.
- Balança com precisão de 0,01 g.
- Placa aquecedora.
- Termômetro.
- Béquer graduado de 1 L.

- Recipiente de metal ou vidro temperado para fusão da parafina.
- Estufa com ajuste de temperatura para 105 °C.
- Dessecador.

8.4.3.3.3 Procedimento

- Pesar o torrão seco ao ar, que deverá ter de 4 cm a 7 cm de diâmetro.
- Mergulhar o torrão em parafina fundida (60 °C – 65 °C), cuidando para que seja completamente recoberto por ela. O uso de um laço de fio amarrado ao torrão auxilia este passo e o seguinte.
- Remover o torrão, escorrer o excesso de parafina e deixar esfriar.
- Pesar o torrão impermeabilizado após o resfriamento.
- Colocar um béquer graduado de tamanho suficiente para que o torrão parafinado se situe abaixo da marca graduada máxima sobre a balança e zerá-la. Encher o béquer com água até a marca graduada máxima. Medir a massa e a temperatura da água. Esvaziar e secar o béquer. Introduzir o torrão parafinado no béquer e zerar a balança. Completar o béquer com água até a marca graduada máxima. Anotar o peso obtido.
- Retirar o torrão, partir com uma faca e transferir uma parte dele, sem resíduos da parafina, para uma lata de alumínio, para determinar a umidade por secagem em estufa a 105 °C até peso constante.

8.4.3.3.4 Cálculos

$$P_{\text{tor}} = \left(\frac{m_{\text{tu}}}{1 + b} \right)$$

$$P_{\text{parafina}} = (m_{\text{tp}} - m_{\text{tor}})$$

$$V_{\text{parafina}} = \frac{P_{\text{parafina}}}{0,9}$$

$$V_{\text{tor}} = ((V_a - V_{\text{at}}) - V_{\text{parafina}})$$

$$Ds = \frac{P_{\text{tor}}}{V_{\text{tor}}}$$

Em que:

P_{tor} – massa do torrão seco a 105 °C, em kg.

m_{tu} – massa do torrão úmido, em kg.

b – umidade da subamostra, em kg kg⁻¹.

P_{parafina} – massa da parafina, em kg.

V_{parafina} – volume da parafina, em dm³.

m_{tp} – massa do torrão parafinado, em kg.

m_{tor} – massa do torrão seco ao ar, em kg.

V_{tor} – volume do torrão, em dm^3 .

V_a – volume total de água do béquer, em dm^3 .

V_{at} – volume de água adicionado ao béquer com o torrão, em dm^3 .

V_{parafina} – volume da parafina, em dm^3 .

Valor 0,9 – densidade da parafina comercial (0,89 a 0,93 g cm^{-3}).

D_s – densidade do solo, em kg dm^{-3} (equivalente a g cm^{-3}).

P_{tor} – massa do torrão seco a 105 °C até peso constante, em kg.

b – volume do torrão, em dm^3 .

8.4.3.4 Método do monolito

8.4.3.4.1 Princípio

Obtenção da massa por pesagem e do volume pelo deslocamento de líquido após a impermeabilização do monolito com resina ou verniz.

8.4.3.4.2 Material e Equipamentos

- Balança com capacidade para 15 kg e sensibilidade de 0,5 g.
- Balde ou recipiente similar de 10 L.
- Espátula.
- Pincel macio.
- Bandeja de plástico.
- Estufa.

8.4.3.4.3 Reagentes

- Cola branca de PVA.
- Resina acrílica ou verniz.
- Álcool etílico hidratado.

8.4.3.4.4 Procedimento

- Esculpir o monolito na trincheira, com o auxílio de martelo pedológico, espátula ou similar. Aplicar a cola branca diluída em água e álcool na proporção 5:4:1 (água:cola:álcool) em toda a superfície exposta do monolito. Deixá-lo secar ao ar. Se necessário, em caso de ameaça de chuva, cobrir com proteção plástica.

- Remover o monolito do local, quebrando-o na base, inverter, colocar em bandeja de tamanho adequado e impregnar a base do monolito com a cola branca diluída em água e álcool. Deixá-lo secar ao ar.
- Aplicar a resina acrílica ou o verniz, com o auxílio de um pincel macio, em toda a superfície do monolito. Aplicar uma segunda mão, se necessário (o verniz deve formar um filme contínuo e sem falhas ou pontos onde a água possa penetrar). Deixar secar completamente ao ar.
- Pesquisar o monolito impregnado.
- Colocar um recipiente de tamanho suficiente para caber o monolito sobre uma balança e tarar. Encher o recipiente com água até a marca superior. Pesquisar a massa de água e esvaziar o recipiente.
- Colocar o monolito no recipiente e zerar a balança. Completar com água até a marca superior e pesquisar.
- Remover o monolito, partir ao meio e coletar uma amostra (torrão) de seu interior e levar para estufa para determinação da umidade.

8.4.3.4.5 Cálculos

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

$$V_{\text{mon}} = (a - b)$$

$$D_s = \frac{P_{\text{mon}}}{V_{\text{mon}}}$$

Em que:

P_{mon} – massa seca do monolito, em kg.

a – massa do torrão úmido, em kg (assume-se que a densidade da água é igual a $1,0 \text{ kg m}^{-3}$).

b – conteúdo gravimétrico de água da subamostra, em kg kg^{-1} .

V_{mon} – volume do monolito, em dm^3 .

a – volume total de água do recipiente, em dm^3 .

b – volume de água adicionado ao recipiente com o monolito, em dm^3 .

D_s – densidade do solo, em kg dm^{-3} (equivalente a g cm^{-3}).

P_{mon} – massa do monolito seco a $105 \text{ }^\circ\text{C}$, em kg.

V_{mon} – volume do monolito, em dm^3 .

8.4.3.4.6 Observação

Esse método foi desenvolvido para solos cascalhentos, nos quais não é possível obter torrões para impregnação. Pode ser usado para qualquer solo, desde que amostrado um volume mínimo representativo (Viana, 2009).

8.4.4 Referências

VIANA, J. H. M. **Determinação da densidade de solos e de horizontes cascalhentos**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2009. (Embrapa Milho e Sorgo. Comunicado técnico, 154).

8.4.5 Literatura recomendada

ALMEIDA, B. G. de; DONAGEMMA, G. K.; RUIZ, H. A.; BRAIDA, J. A.; VIANA, J. H. M.; REICHERT, J. M. M.; OLIVEIRA, L. B.; CEDDIA, M. B.; WADT, P. G. S.; FERNANDES, R. B. A.; PASSOS, R. R.; DECHEN, S. C. F.; KLEIN, V. A.; TEIXEIRA, W. G. **Padronização de métodos para análise granulométrica no Brasil**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2012. 11 p. (Embrapa Solos. Comunicado técnico, 66).

BLAKE, G. R.; HARTGE, K. H. Bulk density. In: KLUTE, A. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 1: physical and mineralogical methods. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1986. p. 363-375.

CLAESSEN, M. E. C. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. e atual. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPS, 1997. 212 p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 1).

KLUTE, A. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 1: physical and mineralogical methods. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1986. 1188 p.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministerio da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

Parâmetros do Sistema Relacionados ao Solo II

9. Condutividade Elétrica do Extrato de Saturação (E)

A condutividade elétrica do extrato de saturação do solo é uma medida indireta da salinidade do meio, estando relacionada aos constituintes iônicos totais na solução, ou seja, com a soma de cátions ou ânions determinados quimicamente e com os sólidos dissolvidos.

A medição de E é realizada diretamente na pasta de saturação do solo. As informações relacionadas à variável Condutividade Elétrica deverá ser fornecida em dS m^{-1} em quatro camadas: 0-20, 20-60, 60-120 e 120-240 cm para que o sistema gere a classificação final da terra. Deverá ser avaliada e obtida segundo Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA, 2017.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação da Condutividade Elétrica em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulos 20 da Parte II (Análises Químicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

9.1 Sais Solúveis²⁰

9.1.1 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.

9.1.2 Preparação do extrato de saturação

9.1.2.1 Material e Equipamentos

- Béquer de plástico de 400 mL.
- Funil de buckner.
- Espátula de aço inoxidável.
- Kitasato de 500 mL.
- Proveta de 50 mL.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Balança analítica.
- Bomba de vácuo.

²⁰ Autores: Paulo César Teixeira; David Vilas Boas de Campos e Lilian de Oliveira Bassil Pires

9.1.2.2 Procedimento

- Pesar 100 g a 200 g de solo (TFSA) e colocar em béquer de plástico de 400 mL. Em havendo quantidade suficiente de amostra de solo, sugere-se pesar no mínimo 150 g de amostra.
- Adicionar água deionizada em quantidade inicial de 15 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 solo e repetir a operação de saturação; no segundo caso, adicionar mais água até completar a saturação. Obs.: no caso de a massa apresentar excesso de água, pode-se descartar a amostra e reiniciar o processo.
- Determina-se então a percentagem de saturação.
- Transferir a pasta saturada para um funil de Buckner contendo papel de filtro e adaptado a um kitasato de 500 mL.
- Aplicar a sucção com o uso de bomba de vácuo e coletar o filtrado.
- Transferir o extrato para depósito plástico com tampa e anotar o número da amostra.

9.1.2.3 Cálculo

$$PS = \frac{100 \cdot V}{m}$$

Em que:

PS – percentagem de água na pasta de saturação, em %.

V – volume de água gasto, em mL.

m – massa da amostra de solo, em g.

9.1.2.4 Observações

Adicionar uma gota de solução de hexametáfosfato de sódio a 1% para cada 25 mL de extrato, quando se determinarem 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 deve-se ter quando se trata de Solos orgânicos, muito argilosos ou sódicos).

9.1.3 Condutividade elétrica

9.1.3.1 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.
- Pisseta.
- Condutivímetro digital.
- Balança analítica.

9.1.3.2 Reagentes e Soluções

- **Solução de cloreto de potássio 0,01 mol L⁻¹** – pesar 0,7456 g de cloreto de potássio (KCl) previamente seco em estufa a 110 °C. Colocar em balão volumétrico de 1 L, dissolver em água destilada ou deionizada e completar o volume. A CE dessa solução é de aproximadamente 1,4 mS cm⁻¹.

9.1.3.3 Procedimento

- Utilizar o extrato de saturação obtido (item 9.1.2.2) e um condutivímetro de leitura direta.
- Medir a temperatura do extrato e ajustar o aparelho para essa temperatura; ligar o condutivímetro com certa antecedência e aferir sua leitura com solução de KCl 0,01 mol L⁻¹ (condutividade de 1,4 mS cm⁻¹).
- Lavar a célula de condutividade com água duas a três vezes. Secar e inserir a célula no extrato de saturação.
- Fazer a leitura direta da condutividade, em mS cm⁻¹.

9.1.3.4 Observações

Atualmente, existem padrões que podem ser adquiridos no mercado. Nesse caso, devem-se adquirir padrões que sejam indicados para a calibração do aparelho.

Lavar bem a célula com água destilada depois de cada determinação, com o auxílio de uma pisseta, para evitar interferência nos resultados e secar.

Quando necessário (em solos com predominância de argilas expansivas e nos quais não é possível fazer a filtração da pasta de saturação), recorrer ao seguinte procedimento indireto utilizando o solo e o extrato aquoso na proporção 1:1.

- Pesar 50 g de solo (TFSA) 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.

- Aplicar a sucção com o uso de bomba de vácuo e coletar o filtrado.
- Utilizar o filtrado, mesmo sendo turvo, e medir a condutividade elétrica, em mS cm^{-1} .
- percentagem de água na pasta saturada é obtida conforme especificado no item 9.1.2.2.

9.1.4 Cátions solúveis

9.1.4.1 Princípio

O cálcio e magnésio solúveis são determinados pelo espectrômetro de absorção atômica (EAA) ou ICP-OES, e o sódio e potássio, pelo fotômetro de chama nos extratos diluídos. Interferências nas determinações pelo EAA são eliminadas pela adição de lantânio.

9.1.4.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 100 mL, 200 mL, 500 mL e 1 L.
- Pipetas volumétricas de 5 mL, 50 mL e 100 mL.
- Balança analítica.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama ou ICPOES.
- Fotômetro de chama.

9.1.4.3 Reagentes e Soluções

- **Solução padrão de KCl e NaCl $0,1 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$** – pesar 0,0746 g de KCl e 0,0585 g de NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até completar o volume em balão volumétrico de 1 L.
- **Solução de ácido clorídrico (HCl) $0,05 \text{ mol L}^{-1}$** – em balão volumétrico de 1 L, adicionar cerca de 500 mL de água destilada ou deionizada (metade do volume do balão volumétrico), verter 4,15 mL de HCl concentrado ($d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$ e 37%) e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Ca 1.000 mg L^{-1}** – pesar 2,7692 g de CaCl_2 e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Ca 250 mg L^{-1}** – pipetar 50,00 mL da solução padrão de Ca 1.000 mg L^{-1} para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Mg 1.000 mg L^{-1}** – pesar 3,9173 g de MgCl_2 e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Mg 25 mg L^{-1}** – pipetar 5,00 mL da solução padrão de Mg 1.000 mg L^{-1} para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução padrão de K^+ e Na^+** – pipetar para balões volumétricos de 500,00 mL as seguintes quantidades da solução padrão de KCl e NaCl ($0,1 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$): 50 mL, 100 mL, 150 mL 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 cmol_c L⁻¹; 0,02 cmol_c L⁻¹; 0,03 cmol_c L⁻¹ e 0,04 cmol_c L⁻¹, respectivamente. Passar essas quatro soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,02 cmol_c L⁻¹ de K⁺ ou Na⁺ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro. Traçar o gráfico leitura vs concentração e determinar o fator f_k .

- **Solução de lantânio 1%** – pesar 1,1728 g de La₂O₃. Umedecer com água destilada e transferir, com lavagens sucessivas, para balão volumétrico de 100 mL. Adicionar, aos poucos, HCl concentrado (d = 1,19 g cm⁻³ e 37%) até verificar a completa dissolução do óxido. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

9.1.4.4 Procedimento

9.1.4.4.1 Ca e Mg solúveis por absorção atômica

- Pipetar 0,1 mL do extrato de saturação (item 9.1.2.2), para Erlenmeyer de 20 mL.
- Adicionar 4,9 mL de solução de lantânio a 1 g L⁻¹.
- Homogeneizar. Efetuar a leitura no espectrômetro de absorção atômica com chama.

9.1.4.4.2 Ca e Mg solúveis por ICP-OES

- Passar o extrato de saturação (item 9.1.2.2) no ICP-OES.
- Proceder à leitura, diluindo o extrato em água ultrapura quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

9.1.4.4.3 Na e K solúveis

- Passar o extrato de saturação (item 9.1.2.2) no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura, diluindo o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

9.1.4.5 Cálculos

9.1.4.5.1 Ca, Mg, K e Na solúveis

9.1.4.5.1.1 Concentração de cátions no extrato

$$\text{Ca, Mg (cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{L \cdot d \cdot 0,1}{\text{Peso Equivalente}}$$

Em que:

Ca, Mg – concentração de Ca e de Mg, respectivamente, no extrato, em cmol_c L⁻¹.

L – leitura do extrato obtida no espectrômetro de absorção atômica ou no ICP-OES (mg L⁻¹ de Ca ou Mg).

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura da pasta de saturação.

Peso Equivalente de Ca – 20,0.

Peso Equivalente de Mg – 12,2.

$$\text{Na, K solúveis (cmol}_c \text{ L}^{-1}) = L \cdot d \cdot f_{\text{Na, K}} \cdot 0,1$$

Em que:

L – leitura do extrato obtida no fotômetro, em absorbância.

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura. Se for possível a leitura direta do extrato, considerar $f = 1$.

9.1.4.5.1.2 Concentração de cátions no solo

9.1.4.5.1.2.1 Para aparelhos que dão leitura direta em concentração

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis} = \frac{L_1 \cdot d \cdot \text{PS}}{\text{Peso equivalente} \cdot 1000}$$

ou

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis} = \frac{L_2 \cdot d \cdot \text{PS}}{1000}$$

Em que:

Ca, Mg, Na, K – concentração de Ca, Mg, Na e K, respectivamente, no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

L_1 – leitura do extrato da amostra (em mg L^{-1}) obtida no fotômetro de chama para Na e K. Para Ca e Mg, a leitura (em mg L^{-1}) é obtida no espectrômetro de absorção atômica ou ICP-OES.

L_2 – leitura do extrato da amostra (em meq L^{-1}) obtida no fotômetro de chama para Na e K. Para Ca e Mg, a leitura (em meq L^{-1}) é obtida no espectrômetro de absorção atômica ou ICP-OES.

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura. Se for possível a leitura direta do extrato no fotômetro ou no ICP-OES, considerar $d = 1$.

PS – percentagem de água na pasta de saturação (item 9.1.2.3).

Peso Equivalente de K – 39,0.

Peso Equivalente de Mg – 23,0.

9.1.4.5.1.2.2 Para aparelhos que não dão leitura direta em concentração

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis (cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = \frac{(L - b)}{a} \cdot \frac{\text{PS}}{1000}$$

Em que:

L – leitura do aparelho, em absorbância.

a – coeficiente angular da reta dos padrões (intercepto).

b – coeficiente linear da reta dos padrões.

PS – percentagem de água na pasta de saturação (item 9.1.2.3).

9.1.4.5.2 Relação de adsorção de sódio (RAS)

$$\text{RAS} = \frac{\text{Na}}{\sqrt{0,5 \cdot (\text{Ca} + \text{Mg})}}$$

Em que:

Na, Ca e Mg – teores de Na, Ca e Mg no extrato de saturação, em $\text{cmol}_c \text{L}^{-1}$ (item 9.1.4.5.1).

9.1.4.6 Observações

Para o cálculo da concentração em função dos valores obtidos com os padrões de $0,01 \text{ cmol}_c \text{L}^{-1}$, $0,02 \text{ cmol}_c \text{L}^{-1}$, $0,03 \text{ cmol}_c \text{L}^{-1}$ e $0,04 \text{ cmol}_c \text{L}^{-1}$ de Na^+ e K^+ , proceder da mesma forma indicada no item 1.2.2.6, adaptando-os para $\text{cmol}_c \text{L}^{-1}$. Geralmente é necessário proceder a diluições para tornar possível a leitura no aparelho.

9.1.5 Ânions solúveis

Determinações dos carbonatos, bicarbonatos, cloretos e sulfatos.

9.1.5.1 Carbonatos

9.1.5.1.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H_2SO_4 em presença da fenolftaleína como indicador.

9.1.5.1.2 Material e Equipamentos

- Pipetas volumétricas de 10 mL e 25 mL.
- Proveta.
- Bureta volumétrica ou digital (microbureta).
- Erlenmeyer.
- Balança analítica.
- Microbureta.

9.1.5.1.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de fenolftaleína a 1%** – dissolver 1 g de fenolftaleína em 100 mL de álcool etílico a 60%.
- **Solução de H₂SO₄ 1 mol L⁻¹** – transferir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado para balão volumétrico de 1 L contendo aproximadamente 800 mL de água. Deixar esfriar e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹** – transferir 12,5 mL da solução de H₂SO₄ 1 mol L⁻¹ para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.

9.1.5.1.4 Procedimento

- Pipetar alíquota de 10,00 mL a 25,00 mL do extrato de saturação e colocar em Erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar três gotas de fenolftaleína e titular com solução de H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹, preferivelmente utilizando microbureta de 10 mL, até viragem para rósea.
- Anotar o volume gasto.

Obs.: caso a extração não apresente coloração rosa com a fenolftaleína, o valor de CO₃²⁻ é nulo.

9.1.5.1.5 Cálculo

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{V}{V_a} \cdot 5$$

Em que:

V – volume da solução de ácido sulfúrico gasto na titulação da amostra, em mL.

V_a – volume utilizado da alíquota do extrato de saturação, em mL.

9.1.5.1.6 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; essa mesma alíquota é usada para determinação dos bicarbonatos.

9.1.5.2 Bicarbonatos

9.1.5.2.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H₂SO₄ no extrato após determinação do carbonato em presença de alaranjado de metila como indicador.

9.1.5.2.2 Material e Equipamentos

- Pipetas.
- Erlenmeyer.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica ou digital.

9.1.5.2.3 Reagentes e Soluções

- **Indicador alaranjado de metila 0,01%** – pesar 0,01 g do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 mL.
- **Solução de H₂SO₄ 1 mol L⁻¹** – transferir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado para balão volumétrico de 1 L contendo aproximadamente 800 mL de água. Deixar esfriar e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹** – transferir 12,5 mL da solução de H₂SO₄ 1 mol L⁻¹ para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.

9.1.5.2.4 Procedimento

- Após a titulação dos carbonatos, adicionar três gotas do indicador alaranjado de metila e continuar a adição do ácido sulfúrico 0,0125 mol L⁻¹ contido na bureta, até viragem da cor rósea para alaranjada. Anotar o volume total gasto.
- Utilizar uma prova em branco, ou seja, o total usado com a fenolftaleína e com o alaranjado de metila.

9.1.5.2.5 Cálculo

$$\text{HCO}_3^- \text{ (cmol}_c \text{ L}^{-1}\text{)} = \frac{(V_1 - V \cdot 2) \cdot 5}{c}$$

Em que:

V₁ – volume de ácido gasto na titulação utilizando alaranjado de metila como indicador, em mL.

V – volume de ácido gasto na titulação utilizando fenolftaleína como indicador, em mL (item 9.1.5.1.4).

c – volume da alíquota de extrato da pasta de saturação, em mL.

9.1.5.2.6 Observação

A mesma alíquota usada para a determinação de bicarbonato pode ser usada para determinação dos cloretos.

9.1.5.3 Cloretos

9.1.5.3.1 Princípio

Determinação volumétrica com AgNO_3 em presença de K_2CrO_4 como indicador.

9.1.5.3.2 Material e Equipamentos

- Pipetas volumétricas de 5 mL, 10 mL ou 25 mL.
- Pipeta graduada de 10 mL.
- Bastão de vidro.
- Erlenmeyer.
- Cápsula de porcelana.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica âmbar ou digital (Microbureta âmbar).

9.1.5.3.3 Reagentes e Soluções

- **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 8,494 g de AgNO_3 puro e dissolver em água destilada contida em balão volumétrico de 1 L, agitar e completar o volume. Guardar em vidro escuro.

9.1.5.3.4 Procedimento

- Pipetar alíquota de 1 mL 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 cinco gotas de cromato de potássio e agitar bem com bastão de vidro.
- Titular com solução de AgNO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até a formação de coloração vermelha persistente.

9.1.5.3.5 Cálculo

$$\text{Cl}^- (\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{(V_a - V_b) \cdot 5}{V}$$

Em que:

V_a – volume da solução de AgNO_3 gasto na titulação da amostra, em mL.

V_b – volume da solução de AgNO_3 gasto na titulação da prova em branco, em mL.

V – volume da alíquota tomada do extrato de saturação, em mL.

9.1.5.3.6 Observações

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 mL 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 por meio da formação do complexo azul/violeta Hg-difenilcarbazona é considerado excelente.

9.1.5.4 Sulfatos

9.1.5.4.1 Princípio

Precipitação do sulfato com BaCl_2 e determinação gravimétrica.

9.1.5.4.2 Material e Equipamentos

- Pipetas.
- Papel de filtro.
- Béquer de 250 mL.
- Bastão de vidro.
- Erlenmeyer.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Cadinho de porcelana.
- Balança analítica.
- Chapa aquecedora.
- Banho-maria.
- Mufla.
- Dessecador.

9.1.5.4.3 Reagentes e Soluções

- **Ácido clorídrico concentrado**
- **Solução de BaCl_2 10 %** – pesar 100 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dissolver em água destilada ou deionizada e completar o volume para 1 L.

- **Indicador alaranjado de metila 0,1 %** – dissolver 0,1 g do indicador em 100 mL de água.

9.1.5.4.4 Procedimento

- Pipetar alíquota de 25,00 mL do extrato de saturação; colocar em béquer de 250 mL e adicionar 100 mL de água.
- Juntar três gotas de alaranjado de metila 0,1% e 1 mL de ácido clorídrico concentrado.
- Colocar em chapa aquecedora e, quando se iniciar a ebulição, adicionar a solução de cloreto de bário 10% até ligeiro excesso, agitando com bastão de vidro, energicamente, 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 e calcinar até temperatura de 750 °C.
- Deixar esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g.

9.1.5.4.5 Cálculo

$$\text{SO}_4^{2-} (\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{(V_1 - V \cdot 2) \cdot 5}{c}$$

Em que:

a – massa do precipitado de BaSO₄, em mg.

b – volume da alíquota tomada do extrato de saturação, em mL.

9.1.5.4.6 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.

9.1.6 Literatura recomendada

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 11th ed. Washington, DC, 1970. 1015 p.

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

NELSON, R. E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 34, n. 2, p. 343-345, 1970.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

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

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

SEARLE, P. L. Measurement of adsorbed sulphate in soils - effects of varying soil: extractant ratios and methods of measurement. **New Zeland Journal of Agricultural Research**, v. 22, n. 2, p.287-290, 1979.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura-EPFS, 1969. 24 p. (Brasil. Ministério da Agricultura-EPFS. Boletim técnico, 7).

10. Mineralogia da argila (A)

As argilas de atividade alta, também conhecidas como do tipo 2:1, têm grande importância no manejo dos solos, principalmente em relação a drenagem interna, mecanização, retenção de água e capacidade de retenção de cátions ou ânions.

É uma variável importante porque fornece informações para a aferição do comportamento físico do solo, principalmente, e, conseqüentemente, fornece indicativos quanto à condutividade hidráulica, drenagem, adaptação a diferentes tipos de sistemas de irrigação e respostas potenciais das culturas vegetais.

Essa variável é percebida, basicamente, pela observação dos mapas de solos e, na falta desses, pela análise do tipo de material originário dos solos ou mesmo, pela observação da morfologia do solo como a presença de slickensides, rachaduras entre outras evidências, em trincheiras ou mesmo barrancos.

A presença de argila com mineralogia do tipo 2:1 não implica necessariamente na exclusão da área para a irrigação. Pelo contrário, há inúmeras experiências bem-sucedidas de exploração desses solos com irrigação.

A aceitação de solos com argilas expansivas vai depender de outras características como profundidade, presença de pedras na superfície e na massa do solo, presença de camadas endosódicas, ocorrência em área abaciada, entre outras. Mesmo que irrigáveis, o manejo desses solos, no entanto, precisa de especial atenção, principalmente no tocante à manutenção de teor de água no solo. Esse teor não pode ser alto, pois o solo, se encharcado, não aceita mecanização, e, se seco, demora a permitir a infiltração da água no solo.

Os Vertissolos, Chernossolos e Luvisolos, por definição, são solos considerados de argila de atividade alta, ou "Ta", pois a Capacidade de Troca Catiônica (CTC) desses solos é maior ou igual a 27 $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$ de argila. Já os Latossolos, por definição, são considerados de argila de atividade baixa (Tb), ou seja, a CTC é menor que 27 $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$ de argila.

A mineralogia da argila deverá ser obtida e avaliada segundo o Manual de Métodos de Análise de Solo da EMBRAPA, 2017.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI não estão disponíveis nas tabelas oriundas do levantamento pedológico. Ela deve estar relacionada nas observações das fichas pedológicas proveniente dos levantamentos de solos.

A metodologia analítica para a determinação da Mineralogia da argila em laboratório está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulo 3 da Parte IV (Análises Mineralógicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

10.1 Análise Mineralógica das Frações Argila e Silte por Difractometria de Raios-X²¹

10.1.1 Introdução

Utilizada desde a década de 1930 para identificação e determinação da estrutura de substâncias cristalinas, quer sejam orgânicas ou inorgânicas, naturais ou sintéticas, a difratometria de raios-X

²¹ Autores: Sebastião Barreiros Calderano; Mariza Nascimento Duarte (in memoriam) e Gilson Gregoris

(DRX) é essencial para a caracterização mineralógica dos argilominerais e de outros constituintes cristalinos presentes nas frações granulométricas mais finas dos solos, como silte e argila.

É considerada como a principal técnica para a identificação de minerais nessas dimensões e se tornou indispensável para estudos em mineralogia de solos. Além da identificação dos constituintes cristalinos das frações argila e silte, que é o objetivo principal da metodologia aqui apresentada, a DRX pode ser usada também para avaliação do grau de cristalinidade e tamanho do cristal, assim como para estimativas do grau de substituição isomórfica, e mesmo para fins de quantificação dos minerais presentes na amostra.

O termo argilomineral é atribuído especificamente aos aluminossilicatos hidratados planares do grupo dos filossilicatos. Engloba os seguintes grupos de minerais: caulinita, micas, vermiculitas, esmectitas e cloritas, além de minerais interestratificados constituídos por tipos pertencentes a grupos diferentes, por exemplo: mica-vermiculita, mica-esmectita, cloritaesmectita etc. De ocorrência menos comum em solos, podem ser citados também os grupos do talco-pirofilita e da sepiolitapalygorskita. Além dos argilominerais, as frações finas do solo são constituídas também por óxidos e hidróxidos de ferro, alumínio e titânio, muito comuns na fração argila e com grande importância no comportamento dos solos, além de ocorrência menor de quartzo e feldspato, entre outros.

10.1.2 Princípio

A análise mineralógica por DRX tem como base a natureza regular das redes cristalinas dos minerais, conjugada com a propriedade dos raios-X de se difratarem em fase, sem alteração do comprimento de onda, após incidirem sobre os planos cristalinos conforme um ângulo específico.

A partir da variação angular da incidência de um feixe de raios-X proveniente de uma fonte de radiação, as reflexões produzidas pelo arranjo dos átomos nos planos cristalinos dos minerais são captadas em um detector e representadas em um gráfico – o difratograma de raios-X – que relaciona a intensidade da difração dos raios emitidos com o ângulo de incidência da radiação; e apresenta um padrão específico para cada espécie mineral, como um registro de sua identidade. É possível, portanto, identificar os constituintes cristalinos presentes em uma determinada mistura de materiais, pela comparação dos reflexos (ou picos) expressos no difratograma de raios-X a ela correspondente com os padrões de difração dos diferentes minerais.

As análises são executadas nas frações argila (< 0,002 mm) e silte (0,002 mm - 0,050 mm). Materiais de granulometria mais grossa, devido à possibilidade de individualização dos grãos e observação visual com o auxílio de lentes de aumento, são em geral analisados por meios óticos e petrográficos, conforme descrito no capítulo anterior, mas podem também ser analisados por DRX, após serem moídos e passados por peneira de 0,053 mm.

A amostra, em estado pastoso ou em suspensão, é colocada em uma lâmina de vidro de superfície plana, sob a forma de uma fina película e submetida à irradiação por raios-X em uma faixa ampla de ângulos de incidência (intervalo de 2 ° a 45 °, por exemplo). A intensidade de difração dos raios emitidos, determinada pelos diversos planos cristalinos dos minerais, é representada em um difratograma.

10.1.3 Material e Equipamentos

- Porta-amostra de alumínio, para amostra não orientada.

- Porta-amostra tipo janela (lâmina de vidro com cavidade rasa).
- Lâminas de vidro de superfície plana.

Obs.: as dimensões das lâminas dependem do equipamento para o qual se destinam. No difratômetro Miniflex, o tamanho padrão é de 50 mm x 30 mm em vidro com espessura de 2,0 mm. As lâminas de vidro que são aquecidas a 550 °C se deformam muito e não devem ser reaproveitadas para outra amostra. Para tratamentos específicos, em que a temperatura de aquecimento exceda 550 °C, é necessário utilizar outro tipo de material, como lâminas de porcelana.

- Espátula pequena.
- Almofariz (gral) de ágata.
- Fita mágica (fita adesiva branca transparente, que não deixa resíduos após ser removida).
- Lápis-tinta para identificação das amostras, ou canetas cuja tinta permaneça legível após aquecimento à temperatura de 550 °C.
- Vidros de relógio nas dimensões de 50 mm, 120 mm e 180 mm (este último acondiciona até oito lâminas de 50 mm x 30 mm).
- Termômetros com faixa de medição para até 150 °C.
- Moinho vibratório de bancada.
- Forno mufla.
- Dessecador com bomba de vácuo acoplada.
- Ultrassom de ponta.
- Centrífuga de alta rotação.
- Difratômetro de raios-X, com computador acoplado.
- Banho-maria.
- Placa aquecedora.
- Balança com precisão de 0,001 g.
- Desumidificadores para o ambiente.

10.1.4 Reagentes e Soluções

- **Solução de KCl 1 mol L⁻¹** – pesar 74,5 g de KCl e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.
- **Solução de MgCl₂ 1 mol L⁻¹** – pesar 95,21 g de MgCl₂ e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.
- **Solução de citrato de sódio 0,3 mol L⁻¹** – dissolver 88,23 g de citrato de sódio dihidratado (C₆H₅O₇Na₃·2H₂O) em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.

- **Solução de bicarbonato de sódio 1 mol L⁻¹** – dissolver 84,01 g de bicarbonato de sódio (NaHCO₃) em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.
- **Ditionito de sódio em pó, de qualidade garantida.**
- **Etileno glicol.**
- **Peróxido de hidrogênio.**

10.1.5 Procedimento

10.1.5.1 Obtenção das frações finas

- Separar as frações argila (< 0,002 mm) ou silte (0,002 mm - 0,05 mm) conforme descrito no Capítulo 1 (“Separação das Frações Granulométricas do Solo para Análises Mineralógicas”).

Obs.: para análises mais pormenorizadas, pode ser conveniente o fracionamento da fração argila em argila grossa e argila fina, usando-se o método da centrífuga, conforme descrito em Jackson (1985).

10.1.5.2 Preparação da amostra

O procedimento descrito a seguir destina-se preferencialmente à fração argila, uma vez que a preparação da fração silte é mais simples, requerendo, na maioria dos casos, apenas desagregação com auxílio de uma espátula.

- Pulverizar a amostra de argila (1 g a 2 g) em gral de ágata ou em moinho e passá-la integralmente por peneira com 0,053 mm de abertura de malha.
- Colocar a amostra em tubo de centrífuga de 50 mL, adicionar 40 mL de água destilada e submetê-la a um ciclo de 3 minutos no ultrassom de ponta (Figura 3a, b).
- Proceder a centrifugação em alta rotação e posterior descarte do sobrenadante límpido.

Obs.: para confecção da lâmina, é necessário que a amostra de argila esteja hidratada de modo a se obter uma pasta homogênea, o que nem sempre é conseguido somente com a pulverização no almofariz de ágata e posterior umedecimento. O uso do ultrassom de ponta resulta em grande melhoria em todo o processo de análise, seja na confecção da lâmina, seja nas etapas posteriores, como no tratamento para saturação com cátions.

10.1.5.3 Montagem das lâminas

A disposição da amostra para leitura no difratômetro de raios-X é realizada em montagem orientada, preferencialmente para a fração argila, visando intensificar as reflexões dos planos cristalinos característicos dos argilominerais (filossilicatos), ou em montagem em pó, para melhor identificação de constituintes não planares e caracterizações mineralógicas específicas.

10.1.5.3.1 Montagem orientada

- Preparar lâmina de vidro, de superfície lisa, aplicando-se fita adesiva transparente especial (fita mágica) em uma das extremidades e na porção média da lâmina, delimitando a área útil a ser irradiada, conforme padrão do equipamento (Figura 4a). Obs.: além de limitar a área da lâmina que receberá a amostra, evitando-se excesso de material (Figura 4b), a montagem com a fita adesiva tem o objetivo de padronizar a espessura da película de argila sobre a lâmina de vidro (evitar o uso de fita adesiva comum, por deixar resíduos).
- Com o auxílio de uma espátula, colocar um pouco da amostra em estado pastoso sobre a lâmina e promover a orientação do material, deslizando outra lâmina de vidro sobre a pasta, sempre no mesmo sentido (método do esfregaço).

Obs.: caso se disponha apenas de pequena quantidade de amostra, preparar uma suspensão do material em água destilada e gotejar essa suspensão sobre a lâmina com o auxílio de uma pipeta (método do gotejamento), procedimento que pode também ser utilizado para montagem de lâminas da fração silte (cuja orientação por esfregaço é, em geral, muito difícil). No entanto, nem sempre o simples gotejamento da suspensão sobre a lâmina resulta em boa orientação dos minerais planares. Uma melhor orientação é, em geral, obtida com o método do esfregaço.

- Retirar a fita adesiva (Figura 4c) e deixar secar à temperatura ambiente sob a proteção de um vidro de relógio, para evitar a secagem rápida e a formação de trincas, e também o ressecamento excessivo da amostra.
- Levar a lâmina ao difratômetro, para leitura.

Obs.: a preparação da lâmina influencia tanto a qualidade do difratograma a ser obtido como os próprios resultados da análise. O excesso de material pode prejudicar a expressão dos reflexos dos constituintes minoritários e provocar considerável variação de intensidade dos reflexos dos componentes predominantes. Assim, a utilização de fita adesiva constitui um procedimento criativo para melhoria do processo, possibilitando a obtenção de lâminas com espessura semelhante e com excelente padrão de qualidade (Calderano et al., 2009).

10.1.5.3.2 Montagem não orientada

- Preencher a cavidade da lâmina de vidro, ou o recipiente de alumínio, com a amostra em pó (Figura 5a, b), sem exercer pressão (para evitar orientação do material). O porta-amostras de alumínio para análise automatizada (Figura 5b), disponível em equipamentos mais modernos, permite que a análise seja executada com rotação, o que diminui o efeito de uma possível orientação, sendo recomendado para fins de quantificação dos constituintes.
- Levar ao difratômetro para leitura.

10.1.5.4 Tratamentos adicionais

Além de melhorar a expressão dos reflexos de alguns constituintes presentes em pequena proporção, tratamentos adicionais podem ser necessários para identificação de certos minerais, como é o caso específico dos argilominerais de estrutura 2:1, cuja presença é indicada pela ocorrência de reflexos (ou bandas) na região de baixos ângulos ($<9^\circ 2\theta$) no difratograma da amostra não tratada. Para esses casos, são aplicados tratamentos sequenciais que incluem: a eliminação da matéria orgânica (dispensável no caso de amostras com menos de 1% de carbono); desferrificação com di-

tionito-citratobicarbonato de sódio (DCB); saturação com magnésio e solvatação com etilenoglicol; e saturação com potássio, seguida de aquecimento a diferentes temperaturas, conforme descrito a seguir.

10.1.5.4.1 Oxidação da matéria orgânica

- Pesar aproximadamente 2 g de argila e transferir para béquer de 250 mL.
- Umedecer a amostra com água destilada e adicionar 1 mL ou mais, se necessário, de H_2O_2 (concentração equivalente a 30 volumes), deixando em repouso por 2 horas.
- Colocar o béquer em placa aquecedora ou em banho-maria, sob fervura branda, com temperatura controlada a no máximo 80 °C. No caso de excessiva efervescência, resfriar a solução com água.
- Adicionar H_2O_2 gradativamente, até que a decomposição da matéria orgânica seja completada, o que é evidenciado pelo fim da efervescência.
- Deixar o béquer na placa aquecedora ou em banho-maria em fervura branda por mais 1 hora, aproximadamente, para eliminar o H_2O_2 .
- Acrescentar água destilada e centrifugar, descartando o sobrenadante límpido.

Obs.: evitar número acima de seis amostras para maior controle sobre todas as etapas.

10.1.5.4.2 Desferrificação da amostra

A desferrificação da amostra é realizada após a remoção da matéria orgânica ou em amostra não tratada, pelo método do DCB, conforme Mehra e Jackson (1960). Embora não exclusivo, esse tratamento é, em geral, restrito à fração argila e raramente aplicado ao silte.

- Colocar a amostra de argila (2 g) em tubo de centrífuga de 100 mL e adicionar 40 mL de solução de citrato de sódio dihidratado 0,3 mol L⁻¹ e 5 mL de solução de bicarbonato de sódio 1 mol L⁻¹.
- Aquecer em banho-maria (em capela) à temperatura entre 75 °C e 80 °C (evitar que a temperatura ultrapasse 80 °C).
- Adicionar 1 g de ditionito de sódio em pó, agitando levemente por cerca de 1 minuto, seguido de 5 minutos de repouso (repetir essa operação por mais duas vezes).

Obs.: quando a amostra adquire cores de tons neutros (cinza, cinza-claro a branco), a desferrificação está concluída (Figura 6). Para algumas amostras a adição de apenas 1 g de ditionito de sódio é suficiente, outras podem requerer mais de três.

- Deixar esfriar na capela.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante em recipiente próprio para descarte de material tóxico.
- Adicionar água destilada, centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Repetir a operação de lavagem por mais duas vezes.
- Separar parte dessa amostra e preparar lâmina conforme item 10.1.5.3.1.

Obs.: para fins específicos, como quantificação ou avaliação de parâmetros cristalográficos, por exemplo, pode ser necessária preparação da lâmina em montagem não orientada.

- Levar ao difratômetro para leitura.
- Dividir o restante da amostra desferrificada em duas partes, para saturação com Mg^{2+} e com K^+ , separadamente.

10.1.5.4.3 Saturação com magnésio

- Colocar a amostra desferrificada em tubo de centrifuga de 50mL ou 100 mL.
- Adicionar 10 mL de solução de $MgCl_2$ 1 mol L^{-1} e agitar.
- Deixar em repouso por 12 horas.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Adicionar 10 mL de solução de $MgCl_2$ 1 mol L^{-1} , deixando em repouso por pelo menos 10 minutos.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Adicionar água destilada, para lavagem.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Repetir a operação de lavagem por mais duas vezes.
- Confeccionar lâmina para análise, conforme item 10.1.5.3.1.
- Deixar secar à temperatura ambiente, sob a proteção de um vidro de relógio.
- Levar a lâmina com amostra Mg-saturada ao difratômetro para leitura, e posteriormente proceder à solvatação com etilenoglicol.

10.1.5.4.4 Solvatação com etileno glicol a frio

- Colocar o etilenoglicol em recipiente adequado (placa de petri ou cápsula de porcelana) no fundo de um dessecador acoplado a uma bomba de vácuo (Figura 7).
- Colocar a lâmina com amostra Mg-saturada sobre a placa de porcelana perfurada do dessecador.
- Tampar o dessecador e ligar a bomba de vácuo por duas horas para retirada do ar e saturação de seu interior com etilenoglicol.
- Fechar a válvula do dessecador, desligar a bomba de vácuo e deixar a lâmina nessa atmosfera saturada por cerca de 15 horas.
- Abrir a válvula do dessecador e retirar a lâmina.
- Levar a lâmina ao difratômetro para leitura.

Obs.: sugere-se realizar o procedimento de solvatação com etilenoglicol ao final do dia, de modo a utilizar o período noturno para permanência das lâminas sob a atmosfera saturada.

10.1.5.4.5 Saturação com potássio e aquecimento

- Colocar a amostra desferrificada em tubo de centrifuga de 50 mL ou 100 mL.
- Adicionar 10 mL de solução de KCl 1 mol L⁻¹ e agitar.
- Deixar em repouso por 12 horas.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Adicionar 10 mL de solução de KCl 1 mol L⁻¹, deixando em repouso por 10 minutos.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Adicionar água destilada, para lavagem.
- Centrifugar e descartar o sobrenadante límpido.
- Repetir a operação de lavagem por mais duas vezes.
- Confeccionar lâmina para análise, conforme item 10.1.5.3.1.
- Deixar secar à temperatura ambiente, sob a proteção de um vidro de relógio.
- Levar a lâmina com amostra K-saturada ao difratômetro para leitura, e posteriormente proceder a tratamento térmico.
- Em forno mufla, submeter a lâmina contendo amostra K-saturada a aquecimento em etapas sucessivas, nas temperaturas de 110 °C, 350 °C e 550 °C, por um período de 2 horas.
- Após cada etapa de aquecimento, deixar a lâmina resfriar no interior da própria mufla e levar ao difratômetro para leitura.

Obs.: após aquecimento a 110 °C, o resfriamento é rápido, sendo possível a retirada das lâminas pouco tempo depois de desligar a mufla (\pm 30 min), para execução da leitura ao difratômetro. Para as demais temperaturas (350 °C e 550 °C), sugere-se realizar o aquecimento ao final da tarde, com a retirada das lâminas no dia seguinte. Em qualquer etapa do processo, as lâminas devem ser mantidas sob a proteção de um vidro de relógio após serem retiradas da mufla.

10.1.5.5 Condições de irradiação e obtenção dos difratogramas

Para obtenção dos difratogramas, a varredura das lâminas é realizada sob uma energia de irradiação de 30 kV e 15 mA, condições fixas do equipamento em uso na Embrapa Solos (modelo Miniflex Rigaku, equipado com tubo de cobre e monocromador de grafite; Figura 8), com passo de 0,050 ° por segundo, que pode ser ajustado conforme os objetivos da análise.

O intervalo de varredura em geral vai de 2 ° a 45 ° (2 θ). Este intervalo é adotado, pois abrange os principais reflexos diagnósticos dos argilominerais e de outros constituintes comumente encontrados em solos. Para alguns casos específicos, leituras com intervalo até 80 °2 θ podem ser necessárias.

10.1.6 Interpretação

Os difratogramas de raios-X (Figura 9) apresentam picos ou reflexos que correspondem às dimensões características dos espaçamentos basais de cada mineral. Esses espaçamentos (valor d) são

obtidos por meio da conversão, com base na lei de Bragg, do valor em graus 2θ (escala horizontal do difratograma) pela equação abaixo:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen } \theta$$

Em que:

n – número inteiro referente à ordem de difração ou reflexão.

λ – comprimento de onda da radiação incidente, que depende do anodo utilizado no equipamento, em nm (Obs.: 0,15418 nm para o cobre).

d – distância interplanar para o conjunto de planos hkl da estrutura cristalina do mineral, em nm.

θ – ângulo de incidência dos raios-X.

Os espaçamentos basais relativos aos picos nos difratogramas podem ser obtidos também em tabelas de conversão, disponíveis em livros texto sobre o assunto, como Brindley e Brown (1984), para diferentes comprimentos de onda da radiação (tubos de Cobre, Cobalto ou Ferro), em geral expressos em Angstroms (1 nm = 10 Å). Em difratômetros automatizados, a conversão é feita automaticamente para nanômetros.

A identificação dos minerais é feita pela comparação dos valores de d , referentes aos reflexos (picos) no difratograma, com as fichas de dados de difração para cada mineral, conforme padrões do Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS), constante em Berry (1974).

No entanto, devido às imperfeições e variações dos minerais, no que se refere à pureza e cristalinidade, e à íntima associação entre eles no ambiente pedogenético, nem sempre é possível a comparação direta dos resultados com os padrões do JCPDS (obtidos para minerais isolados e bem cristalizados), sendo necessários investigações e tratamentos complementares, como os referidos acima, para subsidiar a identificação dos minerais. Usam-se, também, para interpretação dos resultados, os critérios e tabelas de Barnishel e Bertsch (1989), Brindley e Brown (1984), Dixon e Weed (1989), Fontes (1990), Kämpf et al. (1995), Moore e Reynolds Junior (1997) e Thorez (1976).

Na apresentação dos resultados, os nomes dos minerais são grafados conforme Branco (1987).

Exemplos de interpretação e informações específicas sobre a mineralogia de solos brasileiros podem ser encontrados em Kämpf e Curi (2003) e em Resende et al. (2005). Aspectos sobre interpretação com enfoque amplo em argilominerais interestratificados, provenientes de ambientes sedimentares, bem como sobre a preparação de amostras, tratamentos químicos e sua possível interferência em alguns dos argilominerais, podem ser obtidos em Alves (1990), Hughes et al. (1994) e Fiore et al. (2010).

10.1.7 Observações

Para os minerais planares, a expressão dos reflexos no difratograma é favorecida pela orientação da amostra sobre a lâmina de vidro, de modo que as partículas desses minerais

fiquem paralelas umas às outras, intensificando, assim, os picos ou os reflexos característicos de cada um deles. Essa orientação pode ser obtida por sedimentação do material em suspensão (mé-

todo do gotejamento) ou pela fricção do material em estado pastoso entre duas lâminas de vidro (método do esfregaço).

Com relação às amostras em suspensão, nem sempre o simples gotejamento da suspensão sobre a lâmina favorece uma boa orientação dos minerais planares. Uma melhor orientação é, em geral, obtida com o método do esfregaço.

A identificação dos argilominerais requer tratamentos químicos e térmicos específicos, como os descritos no item 10.1.5.4, avaliandose a mudança dos padrões dos difratogramas a cada etapa da análise.

10.1.8 Referências

ALVES, D. B. **Influência dos tratamentos de dispersão de amostra na análise dos argilominerais por difração de raios-X**. Aplicação nos folhelhos cretáceos do flanco noroeste da bacia da foz do Amazonas. 1990. 437 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

BARNISHEL, R. I.; BERTSH, P. M. Chlorites and hydroxy-interlayered vermiculite and smectite. In: DIXON, J. B.; WEED, S. B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1989. cap. 15, p. 729-788.

BERRY, L. G. (Ed.). **Joint Committee on Powder Diffraction Standards-JCPDS: selected powder diffraction data for minerals**. Philadelphia: [s.n], 1974. 833 p.

BRANCO, P. de M. **Dicionário de mineralogia**. 3. ed. Porto Alegre: Sagra, 1987. 362 p.

BRINDLEY, G. W.; BROWN, G. **Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification**. London: Mineralogical Society, 1984. 495 p.

CALDERANO, S. B.; DUARTE, M. N.; GREGORIS, G. **Análise mineralógica das frações finas do solo por difratometria de raios-X**: revisão e atualização da metodologia e critérios usados na Embrapa Solos. Rio de Janeiro: Embrapa Solos. 2009. 9 p. (Embrapa Solos. Comunicado técnico, 53).

CLAESSEN, M. E. C. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. e atual. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPS, 1997. 212 p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 1).

DIXON, J. B.; WEED, S. B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1989. 1244 p.

FIORE, S.; CUADROS, J.; HUERTAS, F. J. (Ed.). **Interstratified clay minerals: origin, characterization and geochemical significance**. Bari: Digilabs, 2010. 175 p. (AIPEA educational series, n. 1).

FONTES, M. P. F. Vermiculita ou esmectita com hidroxí nas entrecamadas: proposição de nomenclatura. **Boletim Informativo da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, v. 15, n. 1, p. 24-28, 1990.

HUGHES, R. E.; MOORE, D. M.; GLASS, H. D. Qualitative and quantitative analysis of clay minerals in soils. In: AMONETTE, J. E.; ZELAZNY, L. W. (Ed.). **Quantitative methods in soil mineralogy**. Madison: Soil Science Society of America, 1994. p. 330-359.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**: advanced course. 2nd ed. Madison: University of Wisconsin, 1985. 894 p.

KÄMPF, N.; AZEVEDO, A. C.; COSTA JUNIOR, M. I. Estrutura básica de argilomineral 2:1 com hidróxi-Al entrecamadas em Latossolo Bruno do Rio Grande do Sul. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 19, n. 2, p. 185-190, 1995.

KÄMPF, N.; CURI, N. Argilominerais em solos brasileiros. In: CURI, N.; MARQUES, J. J.; GUILHERME, L. R. G.; LIMA, J. M. de; LOPES, A. S.; ALVAREZ V., V. H. (Ed.). **Tópicos em ciência do solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2003. v. 3. p. 1-54.

MEHRA, O. P.; JACKSON, M. L. Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 7., 1958, Washington, DC. **Clays and clay minerals**: proceedings... London: Pergamon Press, 1960. p. 317-327.

MOORE, D. M.; REYNOLDS JUNIOR, R. C. **X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals**. 2nd ed. Oxford: Oxford University Press, 1997. 378 p.

RESENDE, M.; CURI, N.; KER, J. C.; REZENDE, S. B. de. **Mineralogia de solos brasileiros**: interpretações e aplicações. Lavras: UFLA, 2005. 192 p.

THOREZ, J. **Practical identification of clay minerals**. Liege: Liège State University, 1976. 90 p.

10.1.9 Anexos

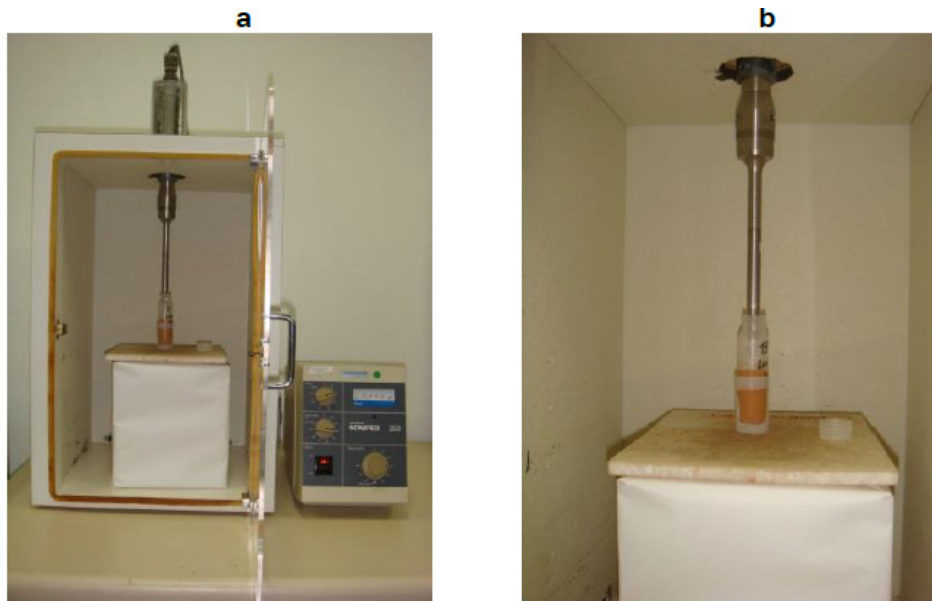


Figura 3. Homogeneização de amostra de argila com ultrassom de ponta: (a) visão geral e (b) detalhe da ponteira e do recipiente contendo a amostra. Fotos: Gilson Gregoris.

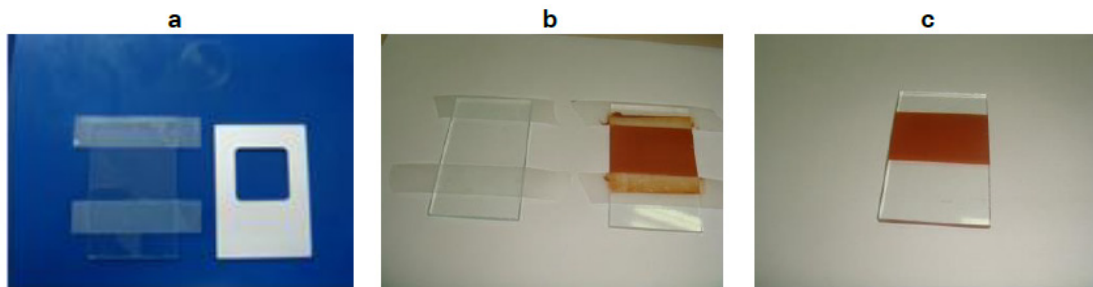


Figura 4. Preparação de lâmina em montagem orientada: (a) delimitação com fita adesiva da área a ser irradiada, conforme o padrão do equipamento (ao lado); (b) disposição da amostra; e (c) lâmina preparada. Fotos: Gilson Gregoris.



Figura 5. Recipientes para montagem não orientada (amostras em pó): (a) lâminas de vidro com cavidade rasa e (b) recipientes de alumínio em porta-amostras. Fotos: Gilson Gregoris.



Figura 6. Alteração da cor de amostras de argila após a desferrificação: amostras não tratadas (superiores) e desferrificadas (inferiores). Foto: Gilson Gregoris.



Figura 7. Sistema para solvatação com etilenoglicol a frio, composto por um dessecador e uma bomba de vácuo. Fotos: Gilson Gregoris.

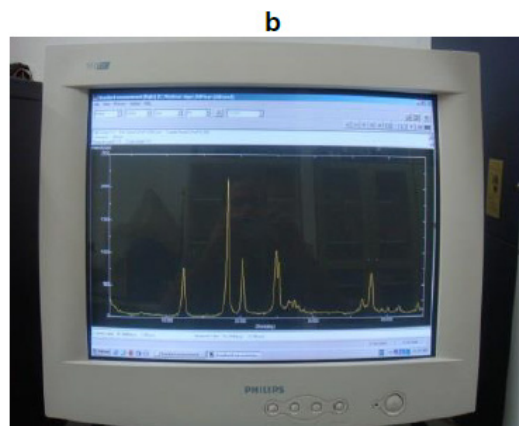
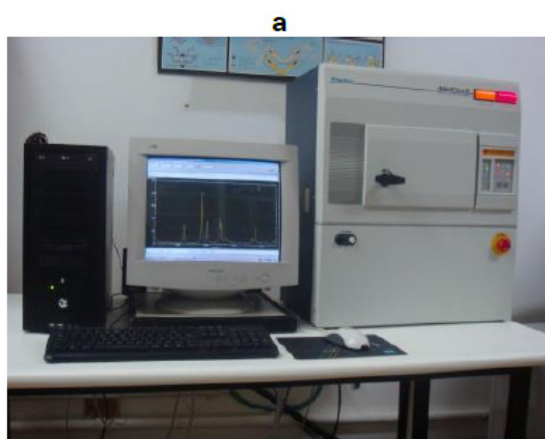


Figura 8. (a) Difratorômetro de raios-X, modelo Miniflex, da Rigaku e (b) detalhe de difratograma na tela do computador acoplado. Fotos: Gilson Gregoris.

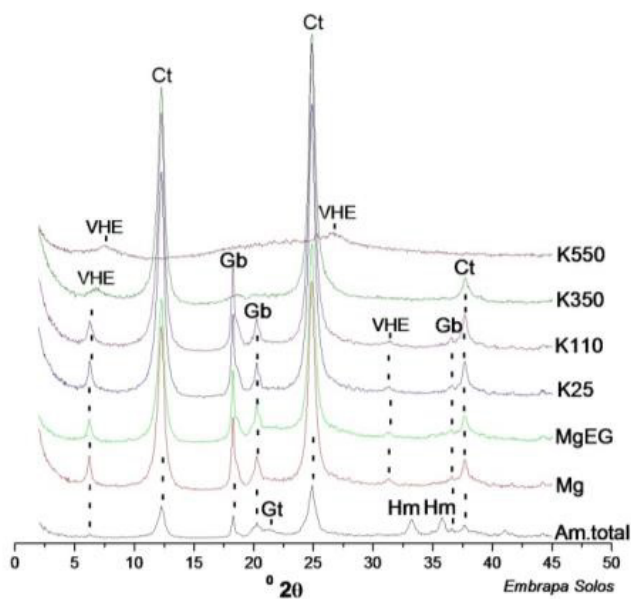


Figura 9. Difratomogramas de raios-X (montagem orientada; radiação $\text{CuK}\alpha$) da fração argila de amostra não tratada (Am. total) e submetida a diferentes tratamentos, do horizonte Bwc2 do perfil X RCC - 16 MS (VHE - vermiculita com hidróxi-Al entrecamadas; Ct - caulinita; Gb - gibbsita; Gt - goethita; Hm - hematita). Foto: Sebastião Barreiros Calderano.

11. Espaçamento entre drenos (D)

Essa variável está diretamente relacionada à necessidade de implementação de obras de drenagem subterrânea e conseqüentemente de sua economicidade. Quanto menor a condutividade hidráulica de um solo, menor o espaçamento exigido entre drenos. Isso pode encarecer o projeto de irrigação a tal ponto, tornando-o inviável economicamente.

O cálculo do espaçamento entre drenos pode ser obtido por tabelas previamente preparadas ou pela fórmula de Hooghoudt. Normalmente, trabalha-se com o valor limite de 20 metros para esse parâmetro. No entanto, diversos técnicos atuantes na área de projetos de drenagem já constatam a pertinência de se usar o valor de 15 metros, pois os custos financeiros para a implantação de projetos de drenagem estão caindo ao longo do tempo e o aumento da produtividade das culturas exploradas com irrigação estão aumentando e melhorando a rentabilidade. Desta forma, para a formulação do SiBCTI, adotou-se o valor de 15 metros como limite para o espaçamento entre drenos.

O espaçamento entre drenos deve ser informado em metros.

A situação menos limitante foi aquela correspondente à classe 1 em que o solo apresentava boa drenagem natural não requerendo, portanto, a drenagem artificial. Por outro lado, a situação mais limitante é aquela que correspondeu à classe 6, na qual o espaçamento entre drenos foi inferior a 15 metros, para todos os sistemas de irrigação.

As informações deste parâmetro, para entrada no SiBCTI, não estão disponíveis nas tabelas oriundas do levantamento pedológico. Ela deve estar relacionada nas observações das fichas pedológicas proveniente dos levantamentos de solos e/ou no histórico da área.

A partir da decisão de que o solo a ser irrigado necessita da instalação de um sistema de drenagem superficial e/ou subterrâneo, torna-se necessário o estudo da água subterrânea, realizado através da estimativa e avaliação das propriedades físicas do solo. Dentre os principais parâmetros hidrodinâmicos do solo de interesse para o dimensionamento do sistema de drenagem, destacam-se a condutividade hidráulica do solo saturado (K_0) e a porosidade drenável (f).

Como já comentado anteriormente, a condutividade hidráulica representa a capacidade do solo de transmitir água em seu interior, e a sua determinação é necessária para o cálculo do espaçamento entre drenos, tanto em condições de regime de fluxo permanente, como em regime não permanente.

A porosidade drenável corresponde a fração do volume do solo por onde a água se movimenta e drena após exceder a capacidade de campo. Sua determinação é necessária, juntamente com a condutividade hidráulica, para o cálculo do espaçamento entre drenos em condição de regime de fluxo não permanente e importante para a caracterização de critérios de drenagem.

Existem vários métodos para a determinação de K_0 em laboratório ou em campo. A metodologia analítica para a determinação da Condutividade Hidráulica em laboratório, já está descrita neste manual.

Vários métodos de campo foram aperfeiçoados para a determinação da condutividade hidráulica. Entre esses métodos, sem dúvida destaca-se o conhecido método "auger-hole" muito empregado na Holanda e nos Estados Unidos por sua simplicidade, rapidez, precisão e grande amostragem de solo natural. Esse método foi introduzido na Holanda por Diserens em 1934 e, sucessivamente, aprimorados por vários pesquisadores daquele país que procuraram modificá-lo e simplificá-lo, como Donat, Hooghoudt e Ernst.

As equações de drenagem, utilizam para o cálculo do espaçamento entre os drenos, equações matemáticas deduzidas das condições do movimento da água para os drenos em certas condições geométricas da região do fluxo. Elas consideram que o fluxo é bidimensional, o que quer dizer que é idêntico em qualquer seção transversal perpendicular aos drenos e que a distribuição da recarga é uniforme.

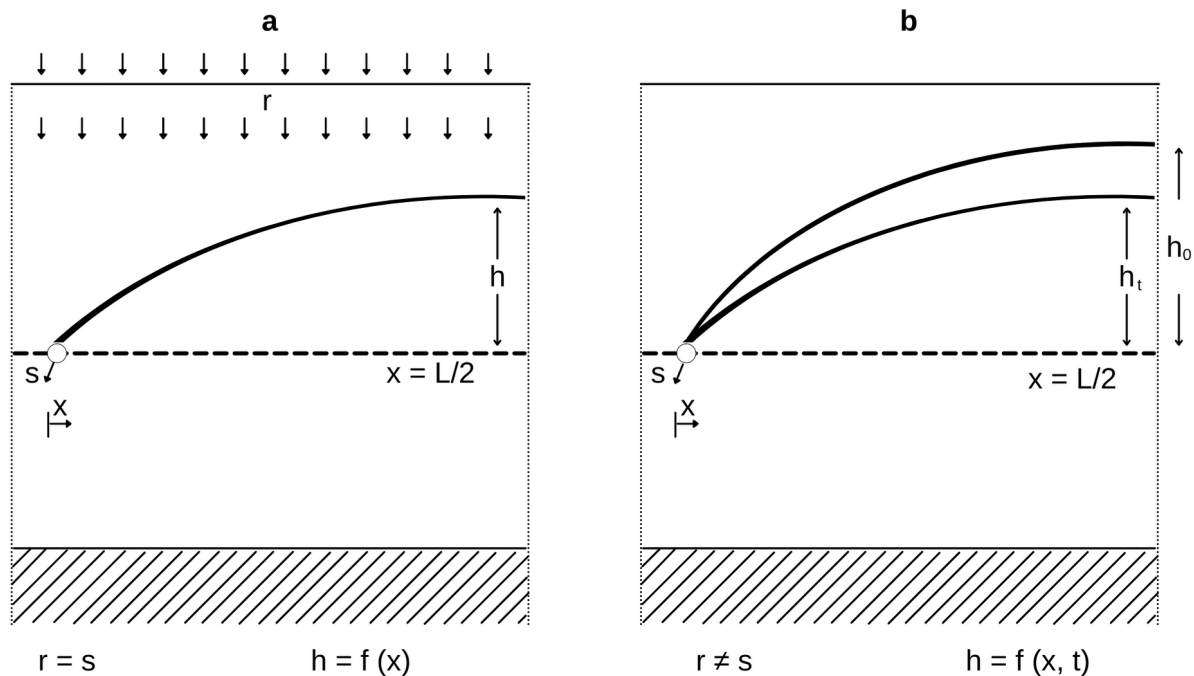


Figura 10. Condições de fluxo de água para os drenos, (a) regime permanente e (b) variável.

Fonte: Adaptado de Beltrán (1986)

Existem dois regimes de fluxo de água até os drenos (Figura 10). Se a vazão do sistema é igual a recarga do lençol freático, o balanço de água na zona saturada está em equilíbrio e a posição do nível freático não muda, sendo a carga hidráulica função exclusivamente da distância do dreno. Estas são as condições que satisfazem o regime permanente, que se dá quando a recarga é de baixa intensidade, porém constante, como ocorre, por exemplo, no solo sob regime de uma chuva moderada de longa duração.

Se a descarga for diferente da recarga, o balanço de água não está em equilíbrio e o lençol freático flutua, sendo a carga hidráulica em função da distância do dreno e do tempo. Essas condições indicam a presença de um regime variável. Essa situação se apresenta, por exemplo, em áreas irrigadas, onde a recarga de água devido a percolação é descontínua no tempo, e em regiões com chuvas de grande intensidade e curta duração.

Uma das equações de drenagem mais utilizadas para a determinação do espaçamento entre os drenos para o regime permanente é a Equação de Hooghoudt. O uso indicado para essa equação pelo SiBCTI, é sugerida porque a grande maioria dos solos que apresentam problemas de drenagem e necessitam de drenos artificiais para escoamento da água das parcelas agrícolas cultivadas, encontram-se sob regime de fluxo permanente.

11.1 Equação de Hooghoudt

11.1.1 Solo homogêneo

Essa equação foi deduzida, inicialmente, para um sistema de drenagem de valas abertas paralelas que vão até a profundidade da camada impermeável, considerando um solo homogêneo sob condições de fluxo em regime permanente. Esse sistema de valas abertas de drenagem é muito utilizado nos perímetros de irrigação no nordeste brasileiro, onde se observam problemas de drenagem e salinização antrópica de solos.

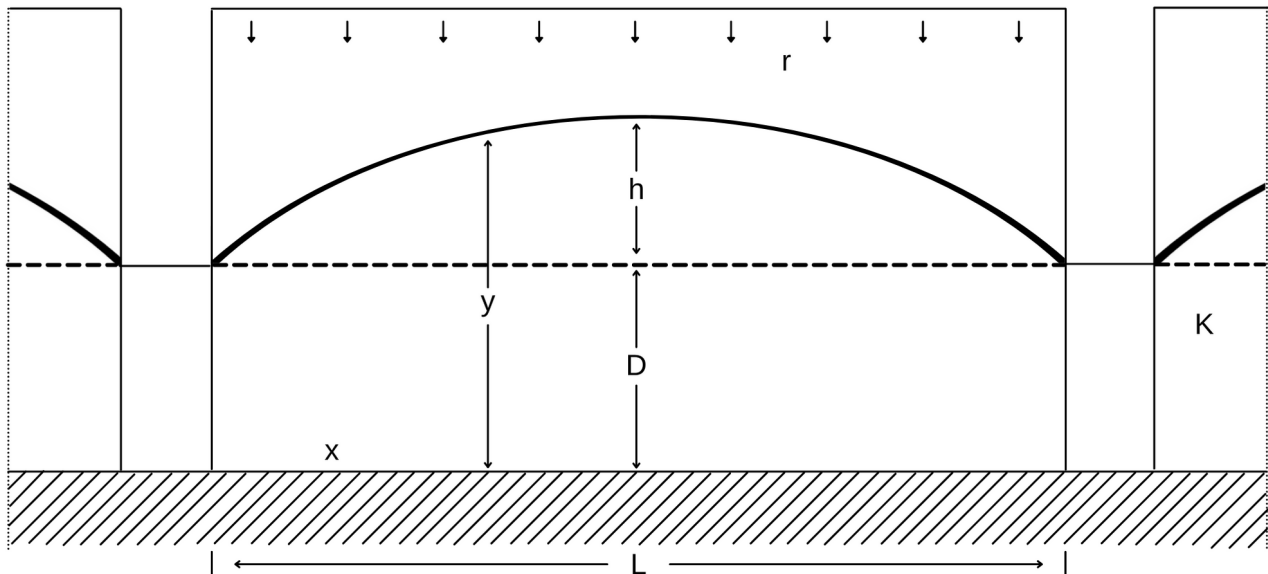


Figura 11. Região de fluxo para a equação de Hooghoudt

Fonte: Adaptado de Beltrán (1986)

Por uma seção de altura (y), situada a uma distância (x) da vala de drenagem, passa uma densidade de corrente (q_x) equivalente à descarga correspondente à região de fluxo compreendida entre o ponto médio entre dois drenos e o trecho considerado. Na verdade, se estabelece então uma equação de continuidade de fluxo, apresentada abaixo:

$$q_x = -s \left(\frac{L}{2} - x \right)$$

A densidade do fluxo é determinada também seguindo a Lei de Darcy:

$$q_x = \frac{d_y}{d_x} y$$

Em que:

q - Descarga por metro de vala, em $m^2 d^{-1}$.

k - Condutividade hidráulica, em $m d^{-1}$.

s - Descarga específica por unidade de superfície, em $m d^{-1}$.

L - Espaçamento entre os drenos, em m.

Igualando as duas equações, obtém-se a seguinte equação diferencial:

$$s \left(\frac{L}{2} - x \right) dx = K y dy$$

Integrando a equação para as condições de limite: $x = 0, y = D$; $x = L/2, y = D + h$ se obtém a seguinte equação para a descarga:

$$s = \frac{8 K D h + 4 K h^2}{L^2}$$

Em que:

D - Espessura do aquífero por debaixo do nível de drenagem, em m.

h - Carga hidráulica no ponto médio entre dois drenos, em m.

Finalmente, colocando L na equação, se obtém a Equação de Hooghoudt para um solo homogêneo com drenos acima da camada impermeável.

$$L^2 = \frac{8 K D h + 4 K h^2}{s}$$

Em que:

L - Espaçamento dos drenos, em m.

K - Condutividade hidráulica, em $m d^{-1}$.

D - Espessura do aquífero por debaixo do nível de drenagem, em m.

h - Carga hidráulica no ponto médio entre os drenos, em m.

s - Descarga específica por unidade de superfície, em $m d^{-1}$.

Em resumo: Estabelecido a profundidade de drenagem, determinada a permeabilidade e a profundidade da barreira impermeável e estabelecidos os critérios do projeto para recarga e posição do lençol freático, pode-se então, calcular o espaçamento entre os drenos com essa equação para um solo homogêneo.

11.1.2 Solo estratificado:

A equação de Hooghoudt para solo homogêneo, pode ser modificada para a sua aplicação em solos estratificados. Se na equação:

$$s = \frac{8 K D h + 4 K h^2}{L^2}$$

$D = 0$, $s = 4Kh^2 / L^2$, que é a descarga correspondente a região de fluxo acima dos níveis dos drenos, se $D \gg h$, $s \approx 8KDh / L^2$, que é o componente de descarga correspondente a região de fluxo por debaixo do nível de drenagem.

Se um solo estratificado tem duas camadas de diferentes condutividades hidráulicas e o nível dos drenos se estabelece no limite entre ambas, a equação de Hooghoudt pode expressar-se de uma forma mais generalizada:

$$L^2 = \frac{8k_b D h + 4k_a h^2}{s}$$

Em que:

K_a - Condutividade hidráulica acima do nível dos drenos, em $m d^{-1}$.

K_b - Condutividade hidráulica abaixo do nível dos drenos, em $m d^{-1}$.

12. Posição na Paisagem (A área é abaciada?) (B)

Esse parâmetro é relativo a terras relacionadas com áreas abaciadas, depressões, onde não existe possibilidade de drenagem natural que permita a retirada do excesso de sais carreando para rios ou lagos posicionados em cota inferior.

Essa informação, geralmente vem nas observações do pedólogo na descrição do perfil do solo. Na sua ausência, pode-se observar a presença de vegetação característica no local e/ou ausência de vegetação na área de interesse para a classificação. Características descritas no perfil do solo, como presença de lençol freático elevado, mosqueado ao longo do perfil, cores de redução, etc., também colaboram para a identificação deste parâmetro. Outra possibilidade, é a do classificador de terras para irrigação ter acesso (se possível) ao levantamento plani-altimétrico da área de estudo, onde facilmente é localizado essas zonas de acumulação natural de água.

13. Topografia (Declividade) (G)

A declividade ou gradiente do terreno pode afetar os sistemas de irrigação de diferentes formas, sendo sua importância maior no sistema de irrigação de superfície, podendo afetar tanto a distribuição da lâmina d'água aplicada, quanto causar erosão, dependendo da textura do solo.

É uma variável que impacta os custos de instalação dos diferentes sistemas de irrigação, principalmente o sistema por superfície, na modalidade gravidade ou sulco, a ponto de inviabilizá-lo dependendo da declividade considerada; pois maiores declividades significam menores comprimentos dos sulcos ou demasiada potência instalada nos propulsores de água, ocasionando elevado custo energético no projeto durante toda a vida útil.

A unidade requerida pelo sistema é a declividade expressa em percentagem.

A citação do relevo no local do levantamento e conseqüentemente sua declividade, são descritas nas seguintes classes:

- **Plano** - Declives menores que 3%;
- **Suave ondulado** - Declives suaves entre 3 a 8%;
- **Ondulado** - Declives acentuados entre 8 a 20%;
- **Forte ondulado** - Declives forte entre 20 a 45%;
- **Montanhoso** - Declives fortes ou muito fortes entre 45 a 75%;
- **Escarpado** - Declives muito fortes maiores que 75%;

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na Descrição do Perfil na ficha pedológica no campo, nos itens: SITUAÇÃO, DECLIVE E COBERTURA VEGETAL SOBRE O PERFIL

A metodologia para padronização da coleta em campo para a determinação deste parâmetro Declividade, é proveniente do Manual de Descrição e Coleta de Solo no Campo publicado pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS) e pelo Centro Nacional de Pesquisa de Solos da Embrapa (5ª Edição, 2005).

14. Condutividade Hidráulica (K)

A condutividade hidráulica pode ser definida como o volume de água que atravessa, por unidade de tempo, uma determinada área do solo impulsionada por uma diferença de potencial. Isso permite concluir que a condutividade é um coeficiente que expressa a facilidade com que um fluido, a água, é transportada através do meio poroso, o solo, e que depende, portanto, tanto das propriedades do solo como das propriedades da água.

Dentre as propriedades do solo, pode-se destacar a distribuição de tamanho e forma de suas partículas, a tortuosidade, a superfície específica, a porosidade, ou seja, todas as propriedades que têm reflexo na geometria porosa do solo.

Essa habilidade em transmitir água constitui uma das mais importantes propriedades hidráulicas dos solos e sua estimativa é de fundamental importância em estudos de degradação ambiental, de planejamento de uso do solo, de investigação de processos erosivos e geotécnicos, de irrigação, da drenagem, entre outros.

Em termos práticos, pode-se classificar a condutividade hidráulica em muito lenta (menor que $0,4 \text{ cm h}^{-1}$), lenta (entre $0,4$ e 2 cm h^{-1}), moderada (entre 2 e 8 cm h^{-1}), rápida (entre 8 e 12 cm h^{-1}) e muito rápida (maior que 12 cm h^{-1}).

As informações referentes a essa variável deverão ser fornecidas em cm h^{-1} e para três camadas: 0-60, 60-120, e 120-240 cm para que o sistema gere a classificação final da terra.

Existem diversos métodos para a determinação da condutividade hidráulica, tanto em laboratório (permeâmetro de carga constante ou variável), como em campo, tais como: o método do furo do trado (em presença ou ausência de lençol freático), do piezômetro, método do poço seco (onde pode-se utilizar o permeâmetro de Guelph para obter dados para diferentes camadas do perfil do solo).

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na tabela: Análises Físicas e Químicas do perfil oriundo do levantamento pedológico.

A metodologia analítica para a determinação da Condutividade Hidráulica em laboratório, está descrita a seguir, e é oriunda do Capítulo 12 da Parte I (Análises Físicas) do Manual de Métodos de Análise do Solo da Embrapa (3ª Edição, 2017).

14.1 Condutividade Hidráulica²²

14.1.1 Introdução

Esse procedimento visa estabelecer a condutividade hidráulica, ou seja, a relação entre a carga e a velocidade com que a água se movimenta através do solo, em ensaio de laboratório com amostra indeformada.

²² Wenceslau Geraldes Teixeira; João Herbert Moreira Viana e Guilherme Kangussu Donagemma

14.1.2 Princípio

A condutividade é estimada a partir da percolação da água por uma amostra indeformada e saturada contida em um cilindro sobre a qual é aplicada uma carga de água constante. A água percolada é recolhida, e seu volume, medido. Faz-se então a relação do volume percolado pela área da seção transversal da amostra. A medida quantitativa da condutividade hidráulica é obtida por meio da aplicação da equação de Darcy após um período de avaliação de uma a duas horas; caso ainda ocorra variações, continuar as avaliações até quando os valores forem constantes.

14.1.3 Material e Equipamentos

- Permeâmetro (Figura 12).
- Cilindros metálicos.
- Tecido tipo morim.
- Cuba com água.
- Béquer de 500 mL.
- Pisseta.
- Proveta graduada de 20 mL.

14.1.4 Procedimento

- Utilizar amostras indeformadas coletadas em cilindros metálicos.
- 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 contendo água até a saturação do solo. Transferir o conjunto para o suporte do permeâmetro. O percolado deve ser coletado em béquer de 500 mL.
- Colocar os cilindros sobre as telas, nivelar o tubo do reservatório, de modo que a parte inferior fique em nível com a parte superior 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 manualmente, 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 10, 20, 30, 40 50 e 60 minutos. Continuar as avaliações após este período se o coeficiente de variação das três últimas amostras for maior que 20%.
- Anotar o volume percolado.

14.1.5 Cálculo

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

Em que:

K – condutividade hidráulica, em cm h^{-1} .

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 de água, em cm.

A – área do cilindro, em cm^2 .

t – tempo de percolação, em horas. Obs.: transformar as leituras feitas em minutos para horas.

14.1.6 Literatura recomendada

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

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). Manual de métodos de análise de solo. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

14.1.7 Anexo

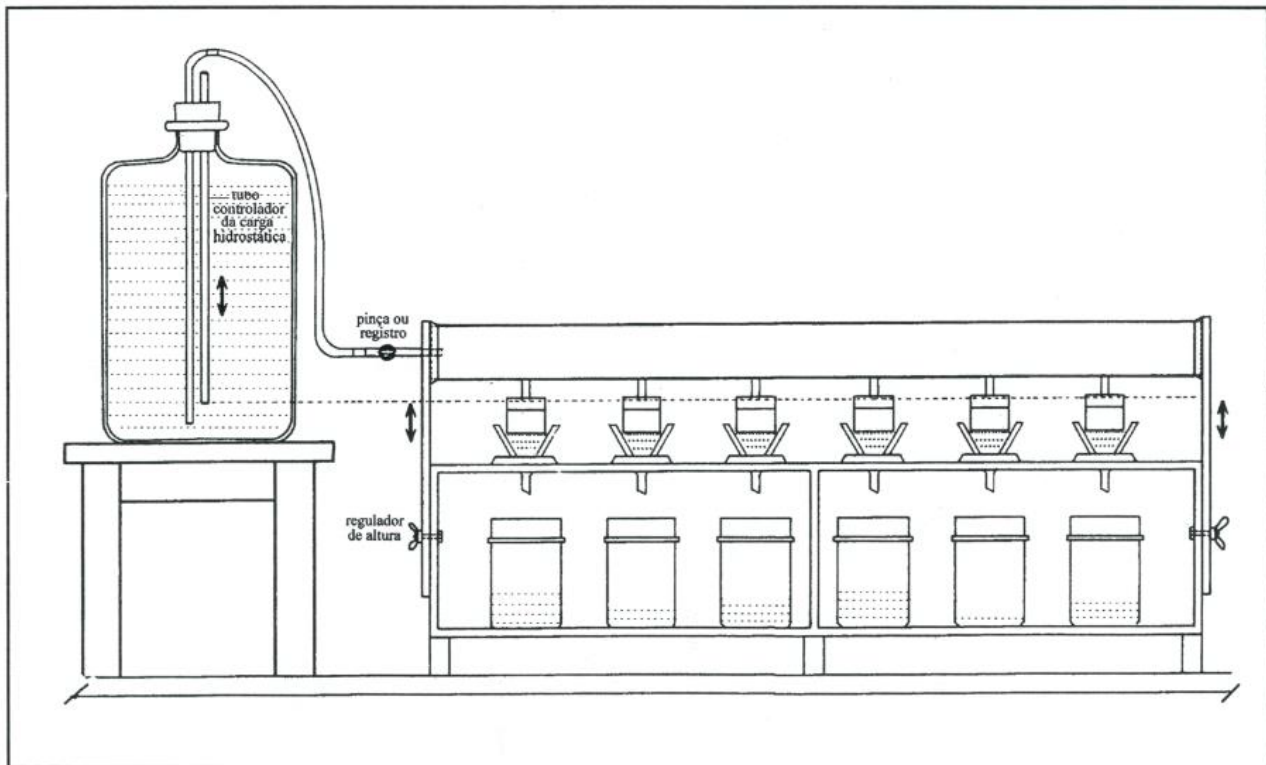


Figura 12. Diagrama do permeâmetro de carga constante.

15. Velocidade de Infiltração Básica (I)

A infiltração da água no solo é um processo definido como sendo a entrada (ou absorção) de água pela superfície do solo. A água que participa do processo de infiltração é normalmente oriunda da chuva ou da irrigação, mas pode também se originar do derretimento de gelo ou neve, ou de inundação.

É uma determinação complementar à condutividade hidráulica (permeabilidade), consistindo na aferição da velocidade de entrada da água no solo através da sua superfície. A velocidade de infiltração é fator muito importante na irrigação e drenagem, como para as práticas de conservação do solo (principalmente relacionada a erosão) e da água, pois a VIB determina o tempo em que determinada quantidade de água demora para ser incorporada ao solo. Os resultados são fundamentais para a escolha do método de irrigação a ser empregado, bem como, no caso da irrigação por superfície, permitir o cálculo do comprimento e espaçamento entre os sulcos de irrigação, cálculo da lâmina de água, bem como subsidiar estudos de drenagem. Na irrigação por aspersão, a velocidade de infiltração básica determina a precipitação do sistema, que deve ser menor que a mesma.

A velocidade de infiltração no solo diminui com o aumento do tempo de aplicação de água. No início ela é relativamente alta e vai diminuindo gradativamente até atingir valor quase constante. Nesse ponto, ela é chamada de Velocidade de Infiltração Básica - VIB.

Diversos fatores podem influenciar na infiltração da água no solo, entre eles: textura; estrutura; umidade do solo; manejo do solo; presença de camadas retardadoras ou de impedimento (p.ex: horizontes (Bt) ou camadas com acúmulo de argila ou outros materiais (pães) que podem obstruir o espaço poroso do solo; tempo; condutividade hidráulica; e, variabilidade espacial dos solos nas áreas de interesse para a classificação das terras para irrigação.

Existem vários métodos para quantificar a velocidade de infiltração de água no solo no campo. Os mais importantes são: Método do infiltrômetro de anel, Método do simulador de chuva e Permeômetro de Guelph. Aqui será descrito o método mais clássico e direto utilizado para a determinação da VIB no Brasil, que é o Método do infiltrômetro de duplo anel concêntrico.

15.1 Método do infiltrômetro de anel

O infiltrômetro de anel é um equipamento que consiste em dois anéis, sendo o menor de 25 cm de diâmetro (intervalo possível de 20 a 30 cm) e o maior de 50 cm (intervalo possível de 40 a 60 cm), ambos com 35 cm de altura (intervalo possível de 30 a 40 cm). Esses anéis são instalados de forma concêntrica no campo, e são enterrados a 10 cm no solo, com auxílio de uma marreta. Para facilitar a penetração no solo, uma das bordas dos anéis deve possuir espessura fina na forma de bisel.

15.2 Material e equipamentos

- Dois cilindros metálicos (cilindro menor: diâmetro = 25 cm e altura = 35 cm) e (cilindro maior: diâmetro = 50 cm e altura = 35 cm).
- Reservatório de água potável (de preferência com capacidade mínima de 20 litros).
- Baldes de água (de preferência com capacidade mínima de 5 litros).
- Estrutura de medição em régua graduada em mm.

- Nível de pedreiro.
- Sarrafo resistente de madeira (mínimo 60 cm) para cravamento dos cilindros no solo.
- Marreta (preferencialmente de borracha) para cravamento dos cilindros no solo.
- Cronômetro para medição do tempo.
- Planilha para anotação dos dados do teste em campo.

OBS: Essa seria uma configuração básica para realização do teste. Logicamente, adaptações e melhoramento do equipamento ficam a critério do executor das determinações do método.

15.3 Ensaio propriamente dito para a determinação da VIB:

A sequência dos eventos devem ser respeitados.

- Escolha dos locais representativos para a realização dos testes.
- Limpar e nivelar com auxílio de enxada cuidadosamente a área que receberá os cilindros.
- Cravar cuidadosamente os cilindros, até a profundidade de 10 cm, com o auxílio do sarrafo de madeira e marreta.
- Nivelar os dois cilindros com auxílio do nível de pedreiro.
- Instalar a régua graduada ou o conjunto de medição alternativo.
- Colocar água, ao mesmo tempo, nos dois cilindros, até que forme uma lâmina inicial de aproximadamente 15 cm.
- Iniciar imediatamente o teste, anotando o tempo de início da infiltração e a leitura inicial da escala medidora.
- Com a régua graduada ou o conjunto de medição alternativo, acompanhar a infiltração da água no cilindro interno, a intervalos de tempo conhecidos e anotar esses valores na planilha.
- As oscilações da lâmina de água nos anéis devem ser no máximo de 5 cm.
- Parar o cronometro e reabastecer os anéis quando o nível estiver próximo de 10 cm de lâmina d'água. O ideal é que o sistema tenha em anexo, um reservatório de água ligado por uma mangueira a uma boia hidráulica, visando manter um nível constante de lâmina de água dentro do anel menor de cerca de 10 cm de altura. Neste caso, se o diâmetro do anel pequeno é o mesmo do depósito de água de recarga, a leitura da escala é direta, fornecendo os milímetros de água infiltrada por unidade de tempo.
- Geralmente, utilizam-se os seguintes intervalos para leitura na régua graduada: 1, 2, 5, 10, 15, 30, 45 e 60 minutos, ou mais, até que as leituras se tornem repetitivas, indicando que o teste atingiu a VIB para o solo em estudo. Deve-se ter em mente que quanto maior a velocidade de infiltração, mais frequente deverá ser a leitura.
- O teste encerra-se quando a Taxa de infiltração (TI) permanecer constante. Na prática, considera-se que isto ocorra quando TI variar menos que 10% no período de 1 (uma) hora, ou quando se obtém 4 a 5 leituras seguidas iguais da TI. Neste momento, considera-se que o solo atingiu a chamada Velocidade de Infiltração Básica.

- Construir as curvas de velocidade de infiltração instantânea e velocidade de infiltração básica, e dispor esses dados em gráficos contra o tempo acumulado.
- Devido a grande variabilidade espacial do comportamento físico do solo mesmo em áreas próximas, é recomendado que essa determinação seja feita no mínimo em triplicata, não devendo os resultados diferir de mais de 30 % do valor médio das repetições.

15.4 Entendimento do fenômeno hidráulico para determinação da Velocidade de Infiltração Básica:

A infiltração somente ocorre quando há água sendo fornecida na superfície do solo. A infiltração ocorrerá na mesma taxa em que a água é fornecida, ou, quando essa taxa supera a infiltrabilidade do solo, a taxa será igual à infiltrabilidade com a formação de uma lâmina de água excedente na superfície, eventualmente causando o escoamento superficial.

O movimento da água em um solo não-saturado pode ser descrito pela equação de Darcy, originalmente deduzida para solos saturados e representada pela equação:

$$q = -K_o \cdot \frac{dH}{dz}$$

Em que:

q - densidade de fluxo, em mm h^{-1} .

K_o = condutividade hidráulica do solo saturado, em mm h^{-1} .

H - potencial total da água no solo, em mm.

z - distância entre os pontos considerados, em mm.

A aplicação da equação de Darcy, para condições de solos não-saturados, exige que seja considerada a variação da condutividade hidráulica com o teor de umidade do solo, tendo esta como limite superior o próprio valor da condutividade hidráulica do solo saturado. Desta maneira, o potencial da água no solo tem dois componentes, o gravitacional (Ψ) e o matricial (Z), e nestas condições, a equação de Darcy torna-se:

$$q = -K(\theta) \cdot \frac{d}{dz}(\Psi + Z)$$

Em que:

$K(\theta)$ - a condutividade hidráulica do solo para um teor de umidade θ , mm.h^{-1} .

É importante ressaltar essas duas equações de Darcy para solos saturados e solos não-saturados e o que acontece nos seus usos e interpretações, pois muitas vezes, existe uma confusão no entendimento dos fenômenos físicos envolvendo a Velocidade de Infiltração Básica, a Taxa (velocidade) de Infiltração e a Condutividade Hidráulica Saturada.

O gradiente hidráulico é a razão entre a taxa de variação do potencial da água no solo, ao longo da distância por ela percorrida ($\partial H/\partial z$), representando a força responsável pelo escoamento da água no solo. O sinal negativo na equação de Darcy indica que o escoamento se estabelece sempre do maior para o menor potencial.

Na equação de Darcy para solos saturados, evidencia-se que as condições imprescindíveis para que se estabeleça o movimento da água no solo são a existência de uma diferença no potencial entre os pontos considerados e um meio poroso condutivo, isto é, a condutividade hidráulica do solo não pode ser nula. Se ambas as condições não forem satisfeitas, o escoamento da água no solo não ocorrerá.

A taxa (velocidade) de infiltração da água no solo é alta no início do processo de infiltração, particularmente quando o solo está inicialmente muito seco, mas tende a decrescer com o tempo, aproximando-se de um valor constante, que é a Velocidade de Infiltração Básica da água no solo. Este comportamento pode ser compreendido a partir da aplicação da equação de Darcy às condições de escoamento, em meio não-saturado. No início do processo, o valor da profundidade da frente de umedecimento é pequeno. Desta forma, ter-se-á um valor do gradiente hidráulico muito elevado e, portanto, uma taxa de infiltração alta. Com o tempo, o valor de Z vai aumentando até que o gradiente hidráulico $[(\Psi + Z) / Z]$ vai tendendo a 1 e, conseqüentemente, a taxa de infiltração tende a um valor aproximadamente igual à condutividade hidráulica do solo saturado, a qual aproxima-se da própria VIB. Um solo mais úmido terá, inicialmente, uma menor taxa de infiltração devido a um menor gradiente hidráulico (menor diferença no potencial matricial da água no solo), e mais rapidamente a taxa de infiltração se tornará constante.

15.5 Equação para determinação da Velocidade de Infiltração Básica

A taxa de infiltração é indicada pela letra i e expressa em unidades de distância por tempo. No Sistema Internacional de Unidades ela é dada em $m\ s^{-1}$, mas comumente é apresentada em $mm\ h^{-1}$ ou $cm\ dia^{-1}$, representando, na verdade, um volume de água por área por tempo ($m^3\ m^{-2}\ s^{-1}$). Integrando a taxa de infiltração pelo tempo a partir de um tempo inicial t_0 , obtém-se a lâmina acumulada de infiltração, ou simplesmente a infiltração acumulada I (m):

$$I = \int_{t_0}^t i dt$$

No mesmo raciocínio, pode se entender a taxa de infiltração i como a variação de I no tempo, ou seja:

$$i = \frac{dI}{dt}$$

A infiltração acumulada d'água no solo (I) pode ser descrita por várias equações. Apresentaremos a equação empírica mais utilizada que é a Equação Potencial de Kostiakov:

$$I = k \cdot T^a$$

Em que:

I - infiltração acumulada, em cm.

k - constante dependente do solo.

T - tempo de infiltração, em min.

a - constante dependente do solo, variando de 0 a 1.

A velocidade de infiltração instantânea (VI) é a derivada da infiltração acumulada, em relação ao tempo:

$$VI = \frac{dI}{dT}$$

$$VI = k \cdot a \cdot T^{a-1}$$

A velocidade de infiltração média (VIm) é a divisão de I pelo tempo T:

$$VIm = \frac{I}{T}$$

$$VIm = k \cdot \frac{T^a}{T}$$

$$VIm = k \cdot T^{a-1}$$

A determinação dos coeficientes a e k é feita utilizando-se o método analítico (regressão linear)

Como o método da regressão linear só pode ser aplicado para equações lineares, inicialmente a equação de infiltração, que é uma equação exponencial, deverá ser transformada em uma equação linear. Para isso, basta aplicar as operações logarítmicas correspondentes à equação de infiltração. Desta maneira:

$$\log I = \log K + a \log T$$

Dessa forma, verifica-se que essa apresentação da equação de infiltração nada mais é que uma equação da reta do tipo: $Y=A+B X$, em que: $Y = \log I$; $A = \log k$; $B = a$; $X = \log T$.

No método da regressão linear, os valores de A e B são determinados pelas seguintes expressões:

$$A = \frac{\sum X \cdot \sum XY - \sum X^2 \cdot \sum Y}{(\sum X)^2 - m \cdot \sum X^2}$$

$$B = \frac{\sum X \cdot \sum Y - m \cdot \sum XY}{(\sum X)^2 - m \cdot \sum X^2}$$

em que:

m é o número de pares de dados I e T.

$A = \log k$; $k = \text{antilog } A$, então, $k = 10^A$

$B = a$; então, $a = B$

Obtidos os valores de A e B, determina-se k e a, ou seja, retorna-se à equação exponencial de origem. O valor de k é encontrado aplicando o antilog A, e a é o próprio valor de B.

16. Profundidade da Zona de Redução (W)

É uma variável que tem como um de seus principais indutores a variação da altura do lençol freático. Este pode ser definido como a superfície superior de uma zona de saturação, onde a massa de água subterrânea não é confinada por uma formação impermeável sobrejacente. Quanto mais próxima da superfície do solo, mais prejudicial é para a maioria das plantas cultivadas.

Segundo o Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (5ª Ed., 2018), o atributo diagnóstico nos solos que permite observar a presença desta zona de redução é o caráter redóxico que se refere à presença de feições redoximórficas na seção de controle da classe de solo, resultante da saturação temporária com água em horizontes e/ou camadas, que induzam a ocorrência de processos de redução e oxidação, com segregação de ferro e/ou de manganês, na forma de cores mosqueadas e/ou variegadas.

A saturação temporária pode ocorrer em horizontes localizados acima de um horizonte B com baixa condutividade hidráulica, formando, às vezes, um lençol freático suspenso. Nesse caso, o caráter redóxico pode manifestar-se em zonas mais próximas da superfície do solo, em horizontes que antecedem o B e/ou no topo deste. Em outros casos, a saturação temporária pode ocorrer em profundidades maiores, favorecida pela existência de horizontes ou camadas com permeabilidade muito baixa, tais como em zonas situadas acima de camadas adensadas (fragipã ou duripã), em saprólitos pouco permeáveis ou mesmo em rocha.

A ocorrência dos indicadores da zona de redução deverá ser fornecida em centímetros para que o SiBCTI gere a classificação final da terra avaliada.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis de maneira indireta nas tabelas oriundas do levantamento pedológico. O classificador deve estar atento as informações relativas à drenagem no perfil do solo; a citação de mosqueados ao longo do perfil ou em horizontes ou camadas específicas; o aparecimento de transição abrupta entre horizontes e/ou camadas; e a possível ocorrência de camada semipermeável no solo, analisando também a descrição da consistência do solo quando seca, úmida e molhada.

Sob suspeita de indícios de presença de zona de redução ao longo do perfil do solo, é importante realizar *in situ* o teste de condutividade hidráulica para possível identificação de camadas semipermeáveis.

17. Pedregosidade (P)

A pedregosidade refere-se à proporção relativa de calhaus (2-20 cm de diâmetro) e matacões (20 – 100 cm de diâmetro) sobre a superfície e, ou, massa do solo.

A pedregosidade diminui o volume útil explorável pelas raízes e pode aumentar os custos de desenvolvimento do projeto de irrigação, pela necessidade de retirada das pedras, dependendo da intensidade. A pedregosidade também afeta a uniformidade da lâmina d'água aplicada.

É uma variável que normalmente pode ser contornada, dependendo do grau de intensidade. Afeta de forma diferenciada as culturas, particularmente aquelas que necessitam de preparo de solo frequente (culturas anuais). A pedregosidade é frequentemente encontrada nos solos geralmente pouco intemperizados ou erodidos, como por exemplo os Luvisolos crômicos do semiárido. Os custos para contornar esse problema já estão inclusos no sistema.

A citação da pedregosidade no levantamento pedológico é descrita nas seguintes classes:

- **Não pedregosa:** quando não há ocorrência de calhaus e, ou, matacões na superfície e, ou, na massa do solo, ou sua ocorrência é insignificante e não interfere na aração do solo, ou é significativa, sendo, porém, facilmente removível.
- **Ligeiramente pedregosa:** ocorrência de calhaus e, ou, matacões esparsamente distribuídos, ocupando menos de 1% da massa do solo, e, ou, da superfície do terreno (distanciando-se de 10 a 30 m), podendo interferir na aração, sendo, entretanto, perfeitamente viáveis os cultivos entre as pedras.
- **Moderadamente pedregosa:** ocorrência de calhaus e, ou, matacões ocupando de 1 a 3% da massa do solo, e, ou, da superfície do terreno (distanciando-se de 1,5 a 10 m), tornando difícil o uso de maquinário agrícola convencional, podendo, entretanto, seus solos serem utilizados no cultivo de lavouras perenes ou plantios florestais, forrageiras e pastagens naturais melhoradas, se outras características forem favoráveis.
- **Pedregosa:** ocorrência de calhaus e matacões ocupando de 3 a 15% da massa do solo, e, ou, da superfície do terreno (distanciando-se de 0,75 a 1,5 m), tornando impraticável o uso de maquinário agrícola convencional, com exceção de máquinas especiais e implementos agrícolas manuais. Solos nesta classe de pedregosidade podem ser utilizados como áreas de extrativismo florestal com plantio de espécies nativas e preservação da fauna e da flora.
- **Muito pedregosa:** ocorrência de calhaus e matacões ocupando de 15 a 50% da massa do solo, e, ou, da superfície do terreno (distanciando-se menos de 0,75 m), tornando completamente inviável o uso de qualquer tipo de maquinaria ou implemento agrícola manual. Solos nesta classe de pedregosidade são viáveis somente para florestas nativas e preservação da fauna e da flora.
- **Extremamente pedregosa:** calhaus e matacões ocupando de 50 a 90% da superfície do terreno. Áreas de preservação da fauna e da flora. Quando os calhaus e, ou, matacões ocupam mais de 90% da superfície e, ou, do solo, este passa a ser considerado tipo de terreno.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na Descrição do Perfil na ficha pedológica no campo: PEDREGOSIDADE

A metodologia para padronização da coleta em campo para a determinação deste parâmetro Pedregosidade, é proveniente do Manual de Descrição e Coleta de Solo no Campo publicado pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS) e pelo Centro Nacional de Pesquisa de Solos da Embrapa (5ª Edição, 2005).

18. Rochosidade (R)

A rochosidade refere-se à proporção relativa de exposição de rochas do embasamento, na superfície do solo, quer sejam afloramento de rochas, quer camadas delgadas de solos sobre rochas ou ocorrência significativa de matacões (boulders) com mais de 100 cm de diâmetro.

A rochosidade diminui o volume útil explorável pelas raízes e interfere no uso de implementos agrícolas, afetando sobremaneira a irrigação de superfície, na medida em que dificulta a uniformização da lâmina d'água aplicada.

É uma variável não contornável e, dependendo do grau de intensidade, pode inviabilizar as culturas anuais bem como aquelas exploráveis sob irrigação por sulcos.

A citação da rochosidade no levantamento pedológico, são descritas nas seguintes classes:

- **Não rochosa:** não há ocorrência de afloramentos do substrato rochoso nem de matacões, ou sua ocorrência é muito pequena, ocupando menos de 2% da superfície do terreno, não interferindo na aração do solo.
- **Ligeiramente rochosa:** os afloramentos são suficientes para interferir na aração, sendo, entretanto, perfeitamente viáveis os cultivos entre as rochas. Os afloramentos e, ou, matacões se distanciam de 30 a 100 m, ocupando de 2 a 10% da superfície do terreno.
- **Moderadamente rochosa:** os afloramentos são suficientes para restringir cultivos entre as rochas e, ou, matacões, sendo possível o uso de máquinas especiais e implementos agrícolas manuais e o cultivo de lavouras perenes ou plantios florestais, forrageiras ou pastagem natural melhorada. Os afloramentos e, ou, matacões se distanciam de 10 a 30 m, ocupando de 10 a 25% da superfície do terreno.
- **Rochosa:** os afloramentos são suficientes para tornar impraticável a mecanização. Solos dessa classe de rochosidade podem ser utilizados como áreas de extrativismo florestal com plantio de espécies nativas e preservação da flora e da fauna. Os afloramentos rochosos, matacões e, ou, manchas de camadas delgadas de solos sobre rochas se distanciam de 3 a 10 m, e cobrem de 25 a 50% da superfície do terreno.
- **Muito rochosa:** os afloramentos rochosos, matacões e, ou, manchas de camadas delgadas de solos sobre rochas se distanciam menos de 3 m (cobrindo 50 a 90% da superfície), tornando completamente inviável a mecanização. Solos nesta classe de rochosidade são viáveis apenas para florestas nativas e preservação da flora e da fauna.
- **Extremamente rochosa:** afloramento de rochas e, ou, matacões ocupam mais de 90% da superfície do terreno; neste caso, os solos são considerados tipos de terrenos.

Ocasionalmente, há necessidade de combinar as classes de rochosidade com as de pedregosidade: tem de ser considerada, então, a influência dessas duas condições no uso do solo. Por exemplo, um solo moderadamente pedregoso e moderadamente rochoso pode ser considerado um tipo de terreno.

As informações deste parâmetro para entrada no SiBCTI estão disponíveis na Descrição do Perfil na ficha pedológica no campo: ROCHOSIDADE

A metodologia para padronização da coleta em campo para a determinação deste parâmetro Rochosidade, é proveniente do Manual de Descrição e Coleta de Solo no Campo publicado pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS) e pelo Centro Nacional de Pesquisa de Solos da Embrapa (5ª Edição, 2005).

Parâmetros do Sistema Relacionados à Qualidade e Custo de Captação de Água para Irrigação

Até bem pouco tempo, a qualidade da água para uso em irrigação era determinada pelo seu conteúdo total de sais e a sua composição química, e os principais relatos de problemas relacionados a essa qualidade estavam ligados ao risco de salinidade, risco de sodicidade e risco de toxicidade de íons específicos. Como a classificação do BUREC era muito direcionada a irrigação por gravidade, os problemas com ferro, manganês e outros sólidos em suspensão tinham pouca relevância neste sistema.

O SiBCTI é um sistema de classificação moderno, avançado e dinâmico que acompanha o grande aumento no Brasil na utilização de irrigação localizada (microaspersão e gotejamento) que tem provocado uma mudança nos critérios da necessidade de uma análise da qualidade da água mais profunda - mesmo que o SiBCTI não os peça diretamente em sua seção - Propriedade da Água. Isso se deve ao fato que os íons de ferro e manganês e altas concentrações de sólidos solúveis podem entupir tubulações, provocando a redução da área de condução da água, aumentando a perda de carga e pressão nos sistemas pressurizados e, conseqüente, provocando redução na vazão dos emissores, o que pode inviabilizar o sistema de irrigação com um todo.

Desta maneira, embora o SiBCTI só solicite 5 parâmetros de análise da qualidade da água a ser usada nos seus sistemas de irrigação programados (Aspersão, Localizada e Superfície), que são: Condutividade Elétrica (e); Razão de Adsorção de Sódio - RAS (s); Boro (b); Ferro (f) e Cloreto (c), é muito importante que o tomador da decisão de investimento nas possíveis áreas a serem irrigadas, e dependendo do sistema de irrigação a ser adotado, determine também outros importantes parâmetros da qualidade da água para irrigação, principalmente se o método de irrigação escolhido seja mais susceptível a apresentar, com o tempo, problemas de condução de água e entupimentos, como já mencionados anteriormente.

A Tabela 5 mostra os outros principais parâmetros complementares que devem ser determinados para avaliar a qualidade da água para fins de irrigação. Para o método de irrigação localizada, faz-se ainda necessária a inclusão de mais alguns parâmetros, que fornecem informações para a prevenção quanto ao risco de obstrução de emissores (Tabela 6).

Esta parte, está subdividida em duas: a primeira traz informações de como proceder a coleta, acondicionamento, preservação e transporte de amostras de água desde o campo até a entrada e registro para as análises a serem realizadas no laboratório. A segunda parte, discorre sobre os métodos de análises em laboratório dos parâmetros da qualidade da água solicitados pelo SiBCTI, no campo do programa denominado: Propriedades da Água.

Tabela 5. Principais parâmetros que devem ser analisados em laboratório para avaliar a qualidade da água para irrigação.

Parâmetros	Símbolo	Unidade	Valores Normais
Salinidade (Conteúdo de Sais)			
Condutividade elétrica	CE _a	dS m ⁻¹	0 - 3
Sais dissolvidos totais	SDT	mg L ⁻¹	0 - 2.000
Cátions e ânions			
Cálcio	Ca ²⁺	mmol _c L ⁻¹	0 - 20
Magnésio	Mg ²⁺	mmol _c L ⁻¹	0 - 5
Sódio	Na ⁺	mmol _c L ⁻¹	0 - 40
Cloreto	Cl ⁻	mmol _c L ⁻¹	0 - 30
Sulfato	SO ₄ ²⁻	mmol _c L ⁻¹	0 - 20
Carbonato	CO ₃ ²⁻	mmol _c L ⁻¹	0 - 0,1
Bicarbonato	HCO ₃ ⁻	mmol _c L ⁻¹	0 - 10
Nutrientes			
Nitrogênio - Nitrato ⁽²⁾	N - NO ₃ ⁻	mg L ⁻¹	0 - 10
Nitrogênio - Amônio	N - NH ₄ ⁺	mg L ⁻¹	0 - 5
Fósforo - Fosfato	P - PO ₄ ³⁻	mg L ⁻¹	0 - 1
Potássio	H ⁺	mg L ⁻¹	0 - 2
Vários			
Boro	B	mg L ⁻¹	0 - 2
Acidez	pH	-	6 - 8,5
Razão de adsorção de sódio ⁽³⁾	RAS ^o	(mmol _c L ⁻¹) ^{1/2}	0 - 15

⁽¹⁾ dS m⁻¹ (deciSiemens por metro) = mmho cm⁻¹; mg L⁻¹ (miligramas por litro) = partes por milhão (ppm); mmol_c L⁻¹ (milimol carga por litro) = meq L⁻¹ (miliequivalente por litro); meq L⁻¹ = mg L⁻¹ ÷ peso equivalente, expresso em miligramas.

⁽²⁾ N - NO₃⁻ significa que se deverá determinar o NO₃⁻ e expressá-lo como equivalente químico de N. Analogamente, para N - NH₄⁺ o laboratório determinará o NH₄⁺ e expressá-lo-a em forma de equivalente químico de N elementar. O nitrogênio total disponível para as plantas será a soma de equivalentes de nitrogênio. O mesmo procedimento deverá ser utilizado para expressar-se o fósforo.

⁽³⁾ RAS^o é calculada a partir de Na⁺, Ca²⁺ e de Mg²⁺, em mmol_c L⁻¹.

Fonte: Adaptado de Albuquerque & Durães (2008)

Tabela 6. Elementos físicos, químicos e biológicos que produzem obstruções nos sistemas de irrigação localizada.

Físicos (materiais em suspensão)	Químicos (precipitação)	Biológicos (bactérias e algas)
Partículas inorgânicas	Carbonatos de Ca e Mg	Filamentos
• Areia	Sulfato de Ca	Lodo
• Silte	Metais pesados (em forma de)	Depósitos microbianos
• Argila	• Óxidos	• Ferro
Ovos de lesmas, etc.	• Carbonatos	• Manganês
Formigas, aranhas, etc.	• Silicatos	Bactérias
Partículas de PVC e de plástico	• Sulfetos	Organismos aquáticos
Óleos, graxas ou outros lubrificantes	Fertilizantes	• Fitoplâncton/ Algas
	• Fosfato	• Zooplâncton/ Larvas
	• Amônia líquida	• Ovos de caracóis, etc.
	• Oligoelementos (Fe, Cu, Zn e Mn)	

Fonte: Adaptado de Albuquerque & Durães (2008)

19. Coleta, Acondicionamento, Preservação e Transporte de Amostras de Água para fins de Irrigação

Para garantir a fidedigna caracterização da qualidade da água para irrigação, é de fundamental importância que sejam tomadas medidas adequadas nas etapas de coleta, acondicionamento, preservação e transporte das amostras coletadas no campo até sua entrega e registro para análises em laboratório. Desta maneira, os procedimentos recomendáveis são apresentados na sequência mais apropriada e devem fazer parte de um plano de trabalho que deve ser definido em função das questões a serem abordadas.

O objetivo da amostragem, por exemplo, é coletar um volume pequeno o bastante para ser transportado convenientemente, manuseado em laboratório e que represente, o mais acuradamente possível, o material coletado (Parron et al., 2011).

Para o planejamento da amostragem, devem considerar os recursos disponíveis, os parâmetros a serem analisados, o tempo entre a coleta e a análise, as condições como irregularidade na corrente d'água resultante de obstruções naturais ou artificiais, entre outros (Bardy et al., 2004).

Desta maneira, deve-se estabelecer cuidadosamente todas as etapas do planejamento e execução de procedimentos de amostragem, análise laboratorial, registro e interpretação dos dados obtidos. A sequência do planejamento, interpretação e avaliação deve seguir a seguinte ordem:

1. Definição clara dos objetivos.
2. Seleção dos parâmetros a serem amostrados.
3. Definição do local, período e frequência de amostragem.
4. Seleção do número e volume de amostras.
5. Definição dos métodos e procedimentos analíticos.
6. Definição do método de amostragem.
7. Definição do método de preservação e de transporte das amostras.
8. Amostragem e coleta de dados em campo e análises laboratoriais.
9. Interpretação dos dados.

19.1 Cuidados Gerais nas Amostragens

A escolha do tipo de frasco de coleta e armazenagem é muito importante porque pode influenciar a estabilidade e as características das amostras.

Os frascos de coleta podem ser de vidro neutro (borossilicato ou outro tipo de vidro quimicamente inerte) ou plástico (polietileno, polipropileno ou policarbonato), com tampa que propicie uma boa vedação. As tampas devem ser criteriosamente escolhidas para que não apresentem vazamentos e que não interajam com a amostra. Para os frascos de vidro recomenda-se rolhas de vidro esmerilhado. Não se deve utilizar rolhas de borracha, sabugos, cortiças, etc. Os frascos de vidro, apesar de serem passíveis de quebra no manuseio durante o trabalho e no transporte, são mais fáceis de lavar e esterilizar por calor (Bardy et al., 2004).

Recomenda-se a utilização de frascos de boca larga para minimizar as chances de contaminação acidental e facilitar a sua limpeza e secagem.

As garrafas de plástico de água mineral podem ser utilizadas para a coleta desde que sejam devidamente limpas. Não se deve utilizar as garrafas de água mineral fluoretadas, iodadas e gaseificadas, nem reaproveitar frascos usados anteriormente com outros produtos que não a água mineral. Sempre que possível, solicitar os frascos ao laboratório, em virtude de uma lavagem criteriosa dos mesmos (Bardy et al., 2004).

O volume de amostra vai depender dos parâmetros a serem analisados. É importante prever também a necessidade de se fazer alguma repetição da análise em laboratório. De modo geral, de 1 a 1,5 litros de amostra são o suficiente para a realização da maioria das determinações.

Após coletadas as amostras, elas devem ser devidamente identificadas diretamente no frasco ou etiquetadas e presas nos frascos. No mínimo, nos dados anotados na etiqueta devem constar a procedência, localização, data, hora e nome do responsável pela coleta.

19.2 Procedimentos de Coleta

A coleta de amostras de água é uma das etapas mais importantes na determinação da qualidade de um corpo hídrico. A confiabilidade dos resultados e sua interpretação adequada dependem da sua correta execução. Os procedimentos de amostragem vão depender das características do corpo d'água a ser amostrado (rios, represas, poços e outros), e da profundidade das amostras a serem obtidas. A seguir serão apresentados alguns procedimentos para coleta de água doce, sejam superficiais ou subterrâneas para fins de irrigação.

19.2.1 Águas superficiais

Como a análise da água tem uma destinação para uso em projetos de irrigação, as coletas da amostragem da água devem ser próximas aos locais onde serão ou estão instaladas as captações da água a ser utilizada nas unidades agrícolas irrigadas. Recomenda-se evitar a coleta de amostras em áreas estagnadas ou em locais muito próximos às margens. O procedimento de coleta é bem simples e a dificuldade vai variar com a acessibilidade do local de coleta. Pode ser feito manualmente ou com o auxílio de equipamento.

19.2.1.1 Coleta Manual

De acordo com o Manual Técnico de Coleta, Acondicionamento, Preservação e Análises Laboratoriais de Amostras de Água para fins Agrícolas e Ambientais da Embrapa Solos (2004), na coleta manual da amostragem de água em corpos hídricos superficiais, deve-se remover a tampa do frasco com todos os cuidados de assepsia. Deve-se evitar apoiar a tampa do frasco em qualquer superfície de modo a evitar a sua contaminação. Desta forma, o responsável pela coleta deve segurar a tampa enquanto procede a amostragem. Em seguida, o frasco é mergulhado na água, enchido e esvaziado por três vezes seguidas. Na quarta vez ele é mergulhado com a boca para baixo, a cerca de 15 a 30 centímetros abaixo da superfície da água para evitar a entrada de contaminantes superficiais, e sua boca direcionada no sentido contrário à corrente e ligeiramente voltado para cima, de modo a permitir a saída das bolhas de ar durante a entrada da água no frasco. Se a água for estática, deverá ser criada uma corrente superficial, através da movimentação do frasco na direção horizontal,

sempre para frente. Deve-se encher o frasco até a borda, sem deixar espaço vazio (bolha de ar). Em seguida ele é fechado e identificado para ser encaminhado ao laboratório.

19.2.1.2 Coleta com auxílio de Equipamento

Caso a localização do ponto de amostragem impossibilite a coleta diretamente no local, é necessária a utilização de dispositivos adequados para essa finalidade, devendo a mesma ser efetuada a partir de pontes, barcos, barrancos e outros locais de acesso.

19.2.2 Águas subterrâneas

Na coleta de amostragem de água para fins de irrigação em águas subterrâneas, partimos da premissa que o poço já esteja instalado e as coletas possuem etapas bastante simplificadas:

- Ligar o sistema de bombeamento do poço e esperar atingir o nível dinâmico de bombeamento do mesmo e em seguida coletar a água a ser analisada diretamente na tubulação de recalque do mesmo.
- Caso não exista poço instalado no local, deve-se contratar um serviço hidrogeológico para determinar a quantidade e qualidade da água subterrânea existente no local que se pretende realizar a captação de água para o projeto de irrigação.

19.3 Acondicionamento, Preservação e Transporte das Amostras

O procedimento de acondicionamento é fundamental para garantir a manutenção das características das amostras. Já comentamos, anteriormente, da importância dos frascos de coleta para esta etapa, tanto quanto a sua limpeza, resistência, vedação e que sejam quimicamente inertes.

Como sempre existe a possibilidade de que a preservação total da amostra de água seja inviável, o que se busca são formas de retardar as alterações químicas e biológicas, minimizar o efeito de adsorção e a volatilização dos constituintes da amostra antes da análise laboratorial.

Segundo o Guia de coleta e preservação de amostras de água da CETESB (1987), o melhor procedimento é executar as análises imediatamente após a coleta. Se não for possível, aconselha-se preservar e proteger as amostras coletadas, transportando-as imediatamente após a coleta. Os tipos de preservação existentes são a adição química, o congelamento e a refrigeração:

- **Adição Química:** é o método mais conveniente. Consiste em adicionar o preservante prévia ou imediatamente após a coleta da amostra, provocando assim a estabilização dos constituintes de interesse por períodos mais longos de tempo. Contudo, esse procedimento não é viável para preservar amostras destinadas a todos os tipos de análise devido à natureza de alguns testes e, também, pela composição química da amostra. Por exemplo, não se pode adicionar ácido nítrico quando o objetivo é analisar nitrato.
- **Congelamento:** serve para aumentar o intervalo de tempo entre a coleta e a análise, sem comprometer a análise. Não se pode adotar essa técnica como uma forma de preservação geral, pois nem sempre ela será benéfica à manutenção de todos os constituintes da amostra. Por exemplo, o congelamento da água e seu retorno à temperatura ambiente pode alterar os componentes dos resíduos sólidos filtráveis e não filtráveis da amostra.

- **Refrigeração:** constitui numa técnica comum em trabalhos de campo, é utilizada para preservação de vários parâmetros. Embora não mantenha completa integridade para todos os parâmetros, interfere de modo insignificante na maioria das determinações laboratoriais. É recomendado que se mantenha as amostras à uma temperatura próxima de 4°C.

No caso para preservação de amostra para determinação da Condutividade Elétrica, pode-se usar frascos de plástico ou vidro, coletar um volume de 500 ml, refrigerar a 4° C e analisar a amostra no máximo em 28 dias.

Para preservação de amostra para determinação do Sódio, deve-se usar frascos de plástico, coletar um volume de 100 ml, preservar adicionando ácido nítrico concentrado (1,0 mL HNO₃, P. A. L⁻¹ de água) até pH < 2 e analisar a amostra no máximo em 6 meses.

Para preservação de amostra para determinação Cálcio, Magnésio e Ferro, pode-se usar frascos de plástico ou vidro, coletar um volume de 100 ml, preservar adicionando ácido nítrico concentrado (1,0 mL HNO₃, P. A. L⁻¹ de água) até pH < 2 e analisar a amostra no máximo em 6 meses.

Para preservação de amostra para determinação de Cloreto, pode-se usar frascos de plástico ou vidro, coletar um volume de 100 ml, refrigerar a 4° C e analisar a amostra no máximo em 24 horas.

Havendo a necessidade de se coletar para amostragem de água para fins de irrigação outros ânions, cátions e alguns metais pesados de interesse, deve-se usar frascos plásticos, coletando um volume mínimo por amostra de 100 mL, acondicionar as amostras para transporte em caixa térmica + bolsa gel e preservar as amostras por filtração e congelamento, no qual permite um prazo de análises de até 90 dias para os ânions e cátions, e até 180 dias para os metais.

Depois de coletada, a amostra deverá ser transportada até o laboratório de forma que sua integridade e preservação estejam garantidas, e em tempo hábil para que sua análise ocorra dentro do prazo de validade da preservação. Deve-se, nesta etapa, ter muito cuidado no manuseio das amostras e com a organização das mesmas dentro das caixas.

Pode-se usar caixas de isopor ou caixa térmica, de modo que os frascos fiquem firmes durante o transporte. Nos casos em que se usar gelo para preservação, ter o cuidado para que os frascos não fiquem imersos na água formada pela sua fusão, ao final do transporte.

20. Condutividade Elétrica (e)

A condutividade elétrica da água de irrigação se refere à capacidade que essa solução aquosa possui em conduzir corrente elétrica. A determinação da condutividade elétrica é uma maneira indireta de inferir a quantidade de sais presentes em uma solução, porém sem especificá-los. Quanto maior a condutividade, maior a concentração.

A adequação da água para fins de irrigação não depende apenas do teor total dos sais dissolvidos, mas também dos tipos presentes. À medida que o conteúdo total dos sais aumenta, os problemas no solo e nas plantas se agravam, o que requer o uso de práticas especiais de manejo, objetivando manter a produtividade das culturas em níveis aceitáveis.

A condutividade elétrica (e), possui uma estreitíssima relação com os sais dissolvidos em sua solução e através dela pode-se inferir outros parâmetros de interesse para a agricultura irrigada. Conforme Richards et al. (1954) e Rhoades et al. (1992), a condutividade elétrica da água de irrigação, apresentam as seguintes relações com os outros parâmetros de salinidade:

- Quando a CE situa-se entre 0,1 e 5,0 dS m⁻¹ → SDT (mg L⁻¹) = 640 . CE.
- Quando a CE for maior que 5,0 dS m⁻¹ → SDT (mg L⁻¹) = 800 . CE.
- A soma de cátions ou ânions (mmol_c L⁻¹), quando a CE situa-se entre 0,1 e 5,0 dS m⁻¹ → ΣCAT ou ΣAN = 10 . CE.
- Logaritmo de Sais Solúveis Totais (mmol_c L⁻¹) → log SST = 0,990 + 1,055.log CE (dS m⁻¹).
- Força iônica (mol L⁻¹) → FI = 640 . CE (dS m⁻¹).
- Pressão osmótica (kPa) → PO = 0,40 . 10⁻² . CE (dS m⁻¹), quando a CE situa-se entre 3,0 e 30,0 dS m⁻¹.

Logo, se na avaliação inicial da condutividade elétrica da água de irrigação forem observados valores fora da faixa considerados normais, o técnico que está realizando a classificação de terras para irrigação utilizando o SiBCTI, deve, por precaução, solicitar as determinações de outros parâmetros relacionados na tabela 7, pois uma das principais funções das análises laboratoriais das águas a serem utilizadas na agricultura irrigada , é analisar o risco de salinidade, o risco de sodicidade e o risco de toxicidade de íons específicos. No SiBCTI os parâmetros (e); (s) e (c), analisam os dois primeiros riscos, e os parâmetros (b) e (f) analisam o risco de toxicidade de íons específicos.

A condutividade elétrica é medida por condutímetro e é expressa no SiBCTI em dS m⁻¹. Como, geralmente, esse parâmetro pode ser apresentado nos resultados laboratoriais em outras unidades, as relações entre as unidades a seguir são úteis:

$$1 \text{ dS m}^{-1} = 1 \text{ mmho cm}^{-1} = 1 \text{ mS cm}^{-1} = 1000 \text{ } \mu\text{S cm}^{-1} = 1000 \text{ } \mu\text{mho cm}^{-1}$$

Tabela 7. Principais características da água e unidades empregadas.

Características	Símbolo	Unidade
Concentração de sais		
Condutividade elétrica a 25°C	CE	dS m ⁻¹
Sólidos dissolvidos totais	SDT	mg L ⁻¹
Concentração iônica		
Cálcio	Ca ²⁺	mmol _c L ⁻¹
Magnésio	Mg ²⁺	mmol _c L ⁻¹
Sódio	Na ⁺	mmol _c L ⁻¹
Potássio	K ⁺	mmol _c L ⁻¹
Soma de cátions	∑CAT	mmol_c L⁻¹
Bicarbonatos	HCO ₃	mmol _c L ⁻¹
Carbonatos	CO ₃	mmol _c L ⁻¹
Cloretos	Cl ⁻	mmol _c L ⁻¹
Sulfatos	SO ₄	mmol _c L ⁻¹
Soma dos ânions	∑AN	mmol_c L⁻¹
Relação de adsorção de sódio	RAS	(mmol _c L ⁻¹) ^{1/2}

20.1 Condutividade Elétrica²³

20.1.1 Introdução

A condutividade elétrica da água de irrigação é uma determinação da concentração total de íons em solução. Ela expressa uma medida da habilidade de uma solução aquosa de conduzir uma corrente elétrica devido à presença de íons.

20.1.2 Princípio

Medição da condutividade elétrica por meio de eletrodos paralelos imersos na amostra que se deseja medir.

A condutividade elétrica é uma propriedade que depende expressivamente da temperatura. Por este motivo, os dados de condutividade elétrica devem ser acompanhados da temperatura na qual foi medida, lançando mão do uso de termômetros de mercúrio ou álcool para analisar a temperatura nas amostras. Praticamente todos os condutivímetros modernos já medem a temperatura em sensores próprios internos instalados nos aparelhos e calculam os resultados de condutividade já convertidos para as temperaturas de referência. No caso da ausência dessa premissa em aparelhos mais antigos e/ou modestos, essas temperaturas podem ser convertidas, utilizando a seguinte equação:

$$\text{Condutividade Elétrica (25°C)} = \frac{\text{Ce medida}}{1 + (0,019 \cdot (T - 25))}$$

Conforme APHA, 1995.

²³ Autor: Sílvio Roberto de Lucena Tavares

Em que:

Ce - condutividade elétrica medida;

T - temperatura de medida da condutividade elétrica no equipamento

20.1.3 Material e Equipamentos

- Padrão de condutividade eletrolítica para calibração.
- Água deionizada ou destilada.
- Tubo de fundo plano ou cônico tipo Falcon de 50 mL com tampa.
- Copo plástico ou Becker para descarte dos fluidos analisados.
- Papel macio para enxague da célula de condutividade.
- Termômetro com leitura de 0,1°C.
- Condutímetro com eletrodos paralelos localizados na célula de medição.

20.1.4 Reagentes e Soluções

- Padrão comercial de condutividade eletrolítica de $1.413 \mu\text{S cm}^{-1}$ a 25° C para calibração do aparelho, ou preparar a solução de acordo com orientação do fabricante.
- Se optar por uma solução padrão de condutividade elétrica não comercial, produzir no laboratório a solução padrão utilizando de cloreto de potássio (KCl) $0,01 \text{ mol L}^{-1}$.

20.1.5 Procedimento

O procedimento de medição da condutividade elétrica depende da marca e do modelo do condutímetro utilizado. Algumas etapas do procedimento são consideradas comuns a todos os equipamentos, o que permite estabelecer um roteiro simplificado, como descrito a seguir:

- Ligar o aparelho e deixar o equipamento ligado para estabilização durante aproximadamente 10 minutos.
- Lavar a sonda de condutividade elétrica com água deionizada ou destilada e enxugar com papel absorvente macio.
- Aferir no aparelho a constante da célula (K). Cada modelo de célula possui um K específico, insira o valor que é indicado no corpo da célula de medição no aparelho.
- Calibrar o condutímetro com a solução padrão de condutividade eletrolítica ($1.413 \mu\text{S cm}^{-1}$ a 25° C) ou o valor indicado no certificado de referência da solução.
- Lavar e enxugar novamente a sonda.
- Proceder a leitura direta das amostras no aparelho condutímetro.
- Após as leituras de todas as amostras, lavar o eletrodo e guardar conforme especificação do fabricante.

20.1.6 Observações

Como a condutividade elétrica é uma propriedade que depende expressivamente da temperatura, se as amostras a serem analisadas estiverem conservadas em geladeira, retirar as mesmas com uma antecedência de 1 hora para que elas equilibrem suas temperaturas com a temperatura ambiente da bancada de análise.

A cada 30 leituras, aproximadamente, checar a resposta do equipamento com a solução calibradora e, se necessário, calibrar o condutímetro novamente com a solução de calibração eletrolítica.

Após as determinações das amostras e do uso do aparelho, alguns cuidados são requeridos para conservação da sonda e da solução padrão de condutividade elétrica:

Em relação a sonda: mantê-la sempre limpa e acondicioná-la após seu uso conforme estabelecido pelo fabricante: imerso ou não em água deionizada ou destilada. E nunca deixar nenhum pedaço de papel aderido na célula.

Em relação a solução padrão de condutividade elétrica: mantê-la sempre em local fresco ou geladeira; nunca inserir sonda suja ou molhada na solução padrão de condutividade elétrica; se a solução apresentar algum material em suspensão ou precipitado, descarte-as; e quando trocar a solução do frasco, lavar com água destilada e usar a própria solução para refazer o ambiente no frasco antes do preenchimento do seu novo volume de solução padrão.

21. Relação ou Razão de Adsorção de Sódio (s)

Para fins de irrigação, a avaliação da qualidade da água é feita levando-se em consideração os efeitos potenciais sobre o rendimento das culturas e as mudanças nas características do solo. Como observamos no item anterior, a condutividade elétrica de uma solução tem uma relação direta com a solubilidade dos sais presentes. Todos os sais solúveis podem constituir soluções de altíssima CE e, por outro lado, os sais pouco solúveis resultam em valores baixos de CE, pois esses sais precipitam no perfil do solo antes de atingir teores prejudiciais as plantas. Logo, a Condutividade Elétrica – (e) expressa a concentração total dos sais solúveis na água.

Os principais cátions e ânions presentes na água de irrigação são: cálcio, magnésio, sódio, pequenas quantidades de potássio, carbonatos, bicarbonatos, sulfatos, cloretos e pequenas quantidades de nitratos e fluoretos. Desses íons, o sódio é o elemento que no solo pode produzir os maiores efeitos adversos sobre o crescimento das plantas devido as modificações estruturais do solo, dado o efeito dispersante deste elemento. A estrutura do solo é alterada em presença de quantidades consideráveis de sódio no solo em diferentes graus de intensidade, dificultando sua permeabilidade, e conseqüentemente, a infiltração da água no solo, troca gasosa, e o mais importante: diminuindo a disponibilidade de água para as plantas.

A alta concentração de sódio na água é um parâmetro de extrema importância que deve ser analisado na água para fins de irrigação. Ele é considerado o elemento químico mais abundante e perigoso das águas salinas, pois é um dos íons responsáveis de toxicidade específica nos cultivos agrícolas. Esse cátion pode ser absorvido por via foliar em irrigação por aspersão, sobretudo em períodos de altas temperaturas e baixa umidade relativa do ar. Essa absorção foliar para este íon é mais eficaz que a radicular e acelera a acumulação do sódio nas folhas.

A classificação da água para irrigação proposta pelos técnicos do Laboratório de Salinidade dos Estados Unidos, que é a classificação mais aceita e em uso no mundo, é baseada na Condutividade Elétrica (e), como indicadora do perigo de salinização do solo, e na Razão de Adsorção do Sódio (s), como indicadora do perigo de sodificação do mesmo. Esses dois parâmetros são requeridos pelo SiBCTI e com eles é possível determinar através do diagrama desenvolvido por este laboratório americano, a classe de água para irrigação. Também é prático o uso do nomograma de RAS (s), entrar com os valores das concentrações de Na^+ e do somatório de Ca^{2+} e Mg^{2+} para encontrar o valor estimado da RAS e da Percentagem ou Saturação de Sódio Trocável (PST) do solo em equilíbrio com a solução do solo, parâmetro este importantíssimo para se avaliar as possíveis alterações danosas deste íon na permeabilidade do solo.

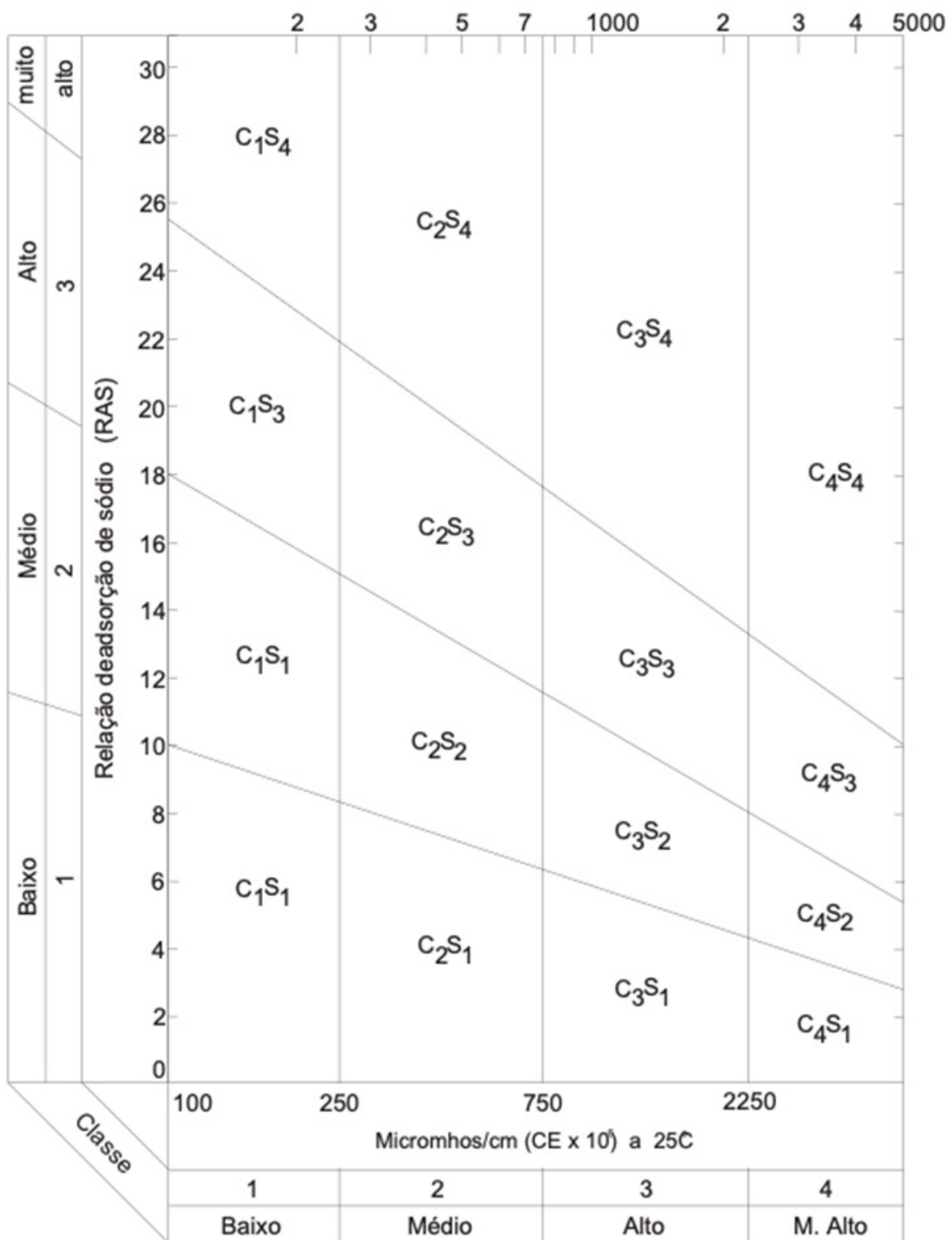


Figura 13. Diagrama para classificação de águas para irrigação.

Fonte: Richards (1954)

Em várias pesquisas conduzidas nas décadas de 1940 e 1950 pelo Laboratório de Salinidade dos Estados Unidos, principalmente nos estados do Texas e na Califórnia, os pesquisadores não encontraram boas correlações entre a porcentagem de sódio na água de irrigação e o PST.

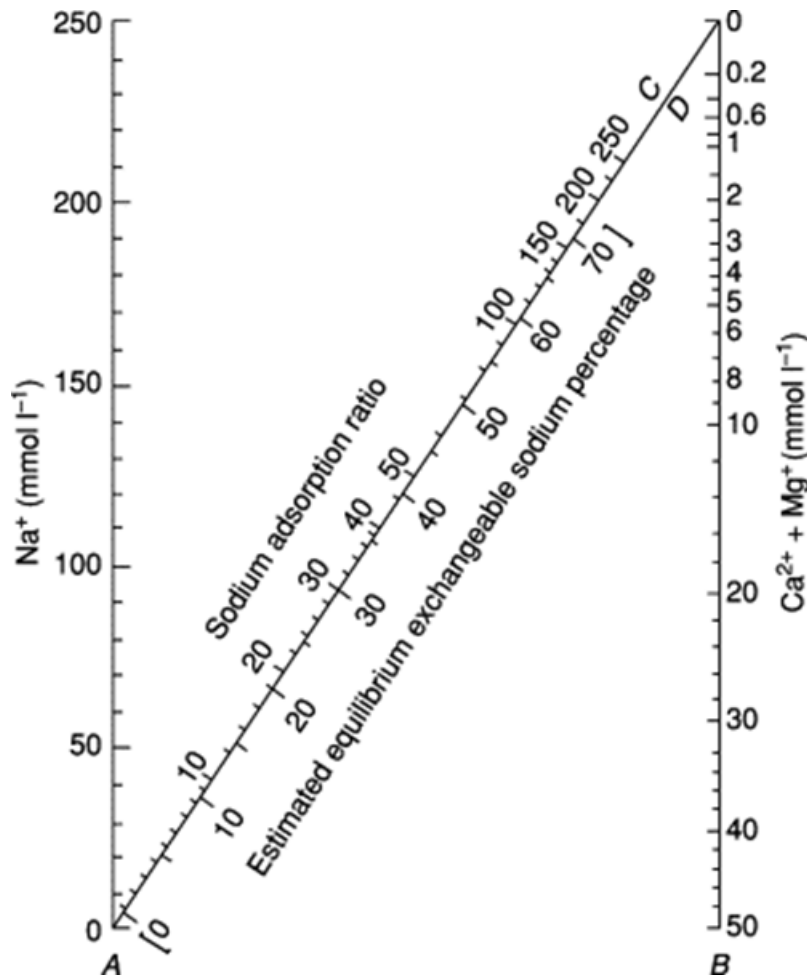


Figura 14. Nomograma para determinar a SAR da água para irrigação e estimar o valor correspondente da Percentagem de Sódio Trocável do Solo que está em equilíbrio com a referida água.

Fonte: U.S. Salinity Laboratory Staff (1954)

Em 1954, Richards indicou a Razão de Adsorção de Sódio (RAS) como sendo o parâmetro da água de irrigação que melhor se correlaciona com o PST do solo e foi ele quem introduziu este conceito no sistema de classificação americano.

$$RAS = \frac{Na}{\sqrt{\frac{Ca + Mg}{2}}}$$

Em que:

Na, Ca, Mg e RAS - são expressos em $mmol_c L^{-1}$.

A determinação dos elementos componentes da Relação de Adsorção de Sódio (s) na água de irrigação deve ser feita da seguinte forma: Sódio através de Fotometria de Chama, Ca e Mg através de métodos espectrofotométricos (ICP ou AAS), ou, na impossibilidade, através de Titulação Complexométrica. Os teores de Na, Ca e Mg devem ser calculadas em $mmol_c L^{-1}$, enquanto a RAS é calculada em $(mmol_c L^{-1})^{1/2}$.

Desta maneira, como a RAS é uma fórmula de cálculo que utiliza os valores das concentrações de Na^+ , Ca^{2+} e Mg^{2+} é necessário, então, a determinação dessas concentrações iônicas em laboratório no ítem 2.1 deste manual.

22. Diferença de Cota de Captação (h) e Distância de Captação D'água (d)

Essas duas variáveis, apesar de não serem determinadas dentro das áreas (parcelas) a serem irrigadas, propriamente ditas, são muito importantes para compor os parâmetros de análise dos custos para determinação da viabilidade financeira da implantação das terras a serem irrigadas. Esses parâmetros fecham a análise e processamentos dos dados pelos algoritmos do SiBCTI visando classificação final das terras. Dessa forma, muitas vezes, os parâmetros de outras análises do sistema podem até mostrar um solo de elevado potencial agrícola ou mesmo água para irrigação de boa qualidade, mas com um custo de captação muito elevado (devido a altura da cota de captação e/ou a distância das áreas efetivamente a serem irrigadas muito distantes), o que inviabiliza o projeto por apresentar uma classificação muito desfavorável. São variáveis difíceis de se ponderar, pois com o barateamento do maquinário e da energia, tarifas diferenciadas por horário e agricultor, a economicidade da captação torna-se extremamente dinâmica, variando de acordo com o tempo e com a região considerada.

As determinações desses parâmetros são diretamente obtidas no campo, sendo fornecidas em metros para a diferença de cota e quilômetros para a distância de captação.

23. Boro (b)

O boro é um elemento essencial para a nutrição vegetal embora seja requerido em quantidades diminutas (0,03 a 0,04 mg L⁻¹). Porém, em concentrações um pouco maiores, pode ser muito fitotóxico. Logicamente o nível de concentração que o torna tóxico varia de acordo com a espécie vegetal. Em geral, o excesso de 2,0 mg L⁻¹ na água de irrigação é prejudicial para várias culturas agrícolas e algumas plantas podem ser afetadas adversamente pela concentração abaixo de 1,0 mg L⁻¹.

As águas superficiais raras vezes contêm esse elemento, entretanto pode ser encontrado nas águas subterrâneas. Além disso é mais abundante em águas salinas do que em águas normais. A água potável raramente contém mais de 1 mg L⁻¹ de B e geralmente é inferior a 0,1 mg L⁻¹, concentrações consideradas não prejudicial para o consumo humano. A água do mar contém aproximadamente 5 mg L⁻¹ de boro.

Segundo Richards (1993), a toxicidade de boro nos vegetais, deve-se, principalmente, ao seu conteúdo na água de irrigação. Apesar do boro ser um micronutriente requerido em pequenas quantidades para o desenvolvimento vegetal, quantidades um pouco acima do estabelecido para alguns cultivos, pode logo se tornar fitotóxico. A Tabela 8 mostra os riscos de toxicidade das concentrações do boro na água de irrigação.

Tabela 8. Limites permissíveis de boro para águas para irrigação.

Classe por boro	Sensíveis	Cultivos	
		Semi-tolerantes	Tolerantes
		ppm	
1	< 0,33	< 0,67	< 1,00
2	0,33 a 0,67	0,67 a 1,33	1,00 a 2,00
3	0,67 a 1,00	1,33 a 2,00	2,00 a 3,00
4	1,00 a 1,25	2,00 a 2,50	3,00 a 3,75
5	> 1,25	> 2,50	>3,75

Fonte: Richards (1993)

A determinação da concentração de boro na água de irrigação poderá ser feita pelos métodos espectrofotométricos Azometina-H (RAMPH, 1999) ou pelas metodologias preconizadas pelo Standard Methods for Examination of Water and Wastewater (2005) americano que preconiza o método da curcumina para concentrações de 0,1 a 1,0 mg L⁻¹ e o método do carmin para concentrações de 1 a 10 mg L⁻¹, ou diluição das amostras para determinações nos dois métodos. Como se trata do extrato água, as técnicas de chama são mais simples e rápidas de serem realizadas e o boro pode ser determinado por espectrometria de absorção atômica (AAS), espectrometria de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) e espectrometria de massas com fonte de plasma (ICP-MS). No caso de uso das técnicas de chama, deve-se seguir as calibrações das curvas de boro solicitadas pelos equipamentos e ajustar os comprimentos de ondas sugeridos por eles. A unidade requerida pelo SiBCTI é mg L⁻¹.

24. Ferro (f)

Variável que tem sua importância relacionada mais à distribuição de água no sistema de irrigação do que pela sua fitotoxicidade propriamente dita. Ainda assim, seu maior impacto está restrito ao sistema de irrigação do tipo localizado, porque pode obstruir os emissores e formar incrustações nas tubulações devido à baixa velocidade do fluxo de água nesse sistema, não tendo praticamente influência nos sistemas convencionais.

A potencialidade do ferro em causar problemas de obstrução nos gotejadores é mais difícil de se avaliar, devido ao fato de que, frequentemente, este elemento contribui para a formação de mucilagens produzidas por ferrobactérias. Deve-se ter muito cuidado quando a concentração de ferro exceda $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ por sua potencialidade de causar entupimentos nos sistemas de irrigação. Deve ser considerada a máxima concentração permissível, (quando no sistema de irrigação se utiliza boa filtração) de 20 mg L^{-1} . Quando o total de sulfeto ou de substâncias adstringentes na água excede o valor de $2,0 \text{ mg L}^{-1}$, o teor de $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ de ferro deve ser considerado como um problema potencial.

O limite para o teor de ferro na água de irrigação, de forma genérica, é de 2 mg L^{-1} . Como o impacto desse parâmetro está fortemente ligado ao sistema de irrigação, além de ter relativamente baixo custo de correção, seus valores definidores de classes no SiBCTI foram ampliados.

A determinação do teor de ferro na água de irrigação deve ser feita por espectrofotômetros ou por ICP ou Absorção Atômica (AAS). A unidade requerida pelo sistema é mg L^{-1} . Nos equipamentos de determinação por espectrofotometria, deve-se ajustar o comprimento de onda para 510 nm . No ICP deve-se usar o comprimento de onda de $259,94$ e alternativamente $238,20 \text{ nm}$. No AAS o comprimento de onda deve ser de $248,3 \text{ nm}$. A não ser que o equipamento utilizado seja um espectrofotômetro mais moderno, deve-se construir uma curva analítica com solução padrão ferro 1.000 mg L^{-1} , no intervalo de 0 a 10 mg L^{-1} .

25. Cloreto (c)

O cloreto é um dos principais ânions inorgânicos presentes na água e praticamente não é adsorvido pelos colóides do solo. Por este motivo, quase a totalidade do cloreto presente na solução do solo se apresenta altamente disponível para o sistema radicular das plantas. Como o cloreto tem alta mobilidade dentro do vegetal, rapidamente ele é translocado para as folhas, onde se acumula, em decorrência do processo de transpiração. Nas folhas, quando a concentração do elemento excede a tolerância da planta, produzem-se danos com seus sintomas característicos, como necroses e queimaduras. Normalmente as espécies frutíferas são mais sensíveis que as culturas anuais, principalmente as produtoras de grãos e estas mais sensíveis que as espécies forrageiras.

A determinação do cloreto na água de irrigação deve ser feita por Cromatografia Iônica e na impossibilidade, por Argentometria (Método de Mohr). A unidade requerida pelo sistema é mg L^{-1} .

25.1 Cloreto²⁴

25.1.1 Introdução

O cloro, na forma de íon cloreto (Cl^-), é um dos principais ânions inorgânicos em águas naturais e residuárias. Geralmente estão presentes na água na forma de cloretos de sódio, cálcio e magnésio.

A metodologia utilizada para quantificação dos íons cloreto é o Argentométrico (também conhecido como Método de Mohr) com detecção visual do ponto de equivalência.

25.1.2 Princípio

Medição do cloreto por meio de quantificação iônica.

O método se baseia na titulação de uma solução neutra ou levemente alcalina de íons cloreto com solução padrão de nitrato de prata (AgNO_3), adicionando-se uma pequena quantidade de solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) que age como indicador do ponto final da titulação. No final, quando a precipitação do cloreto for completa, o excesso de íons prata combinam-se com os íons cromato (indicador) formando um precipitado de cromato de prata, vermelho.

Na prática, o cátion prata é disputado pelos dois ânions (o cloreto que queremos quantificar e o cromato que adicionamos na solução com o indicador), mas o cloreto de prata possui um produto de solubilidade (força de precipitação) maior do que o cromato de prata, portanto, quando mais prata for advinda do titulante, o cloreto de prata terá preferência na reação e precipitará como um precipitado branco. Este momento indica o ponto final da reação.

25.1.3 Material e Equipamentos

- Bureta de 50 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Becker de 250 mL.
- Proveta de 100 mL.

²⁴ Autor: Sílvio Roberto de Lucena Tavares

- Pipeta volumétrica.
- Medidor de pH.

25.1.4 Reagentes e Soluções

- **Solução padrão de Nitrato de prata (AgNO_3) 0,0141N:** Pesar 2,395g de nitrato de prata e transferir para um balão volumétrico de 1 litro e adicionar água destilada promovendo a dissolução do sal; completar o volume do balão. Após esta operação, deve-se guardar a solução em frasco escuro. Padronizar contra uma solução de 10 mL de cloreto de sódio 0,0141N.
- **Solução indicadora de Cromato de potássio (K_2CrO_4):** Pesar 50g de cromato de potássio e dissolver em 100mL de água, adicionar AgNO_3 0,0141N até formar um precipitado vermelho tijolo; deixar em repouso por 12h, após este período, filtrar em papel de filtro Watman n. 40 e transferir para um balão volumétrico de 1L e completar o volume do balão. Esta solução deve ser guardada em frasco escuro.
- **Solução padrão de Cloreto de Sódio (NaCl) 0,0141N:** Secar em estufa a 140°C por 2 horas 1g de NaCl . Esfriar em dessecador; em seguida, pesar 0,824g e transferir para um balão volumétrico de 1 litro, adicionar água e promover a dissolução do sal; completar o volume do balão.
- Se for necessário a participação de reagentes especiais para remoção de interferentes, pode-se providenciar: Suspensão de hidróxido de alumínio; Solução indicadora de fenolftaleína; Solução de hidróxido de sódio, NaOH , 1N; Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 1N; Peróxido de hidrogênio, H_2O_2 , 30%.

25.1.5 Procedimento

- Colocar 100 mL da amostra no Erlenmeyer.
- Se necessário, ajustar o pH entre 7 e 10 com NaOH ou H_2SO_4 .
- Adicionar 1 mL da solução indicadora de cromato de potássio (K_2CrO_4).
- Encher a bureta de 50 mL com a solução padrão de nitrato de prata (AgNO_3 0,0141 N).
- Iniciar a titulação lentamente.
- Titular até o ponto final da reação: aparecimento do precipitado vermelho-tijolo.
- Fazer um branco da mesma maneira que a amostra, utilizando água deionizada.
- Padronizar a solução de AgNO_3 , empregando a solução de NaCl como padrão. O valor da concentração da solução da solução de AgNO_3 é dada pela seguinte equação:

$$M \text{ AgNO}_3 = \frac{100 \cdot 0,0141M}{V \text{ AgNO}_3}$$

25.1.6 Cálculo

O valor da concentração de íons cloreto é obtida pela fórmula:

$$\text{MgCl}^- \text{ L}^{-1} = \frac{(A - B) \cdot M \cdot 35453}{V_{\text{am}}}$$

Em que:

A - volume da solução de AgNO_3 gasto para titular a amostra, em mL.

B - volume da solução de AgNO_3 gasto para titular o branco, em mL.

M - concentração molar da solução de AgNO_3 .

V_{am} - volume utilizado na amostra, em mL.

25.1.7 Observações

- A presença de ferro na água de irrigação em concentração maior que 10 mg L^{-1} mascara a determinação do ponto final da virada da titulação.
- A presença de fosfato em concentrações maiores que 25 mg L^{-1} propicia a precipitação de fosfato de prata.
- Formas reduzidas de enxofre como íons sulfeto, tiosulfato e sulfito, interferem na determinação do cloreto, mas podem ser eliminados com tratamento oxidativo prévio com peróxido de hidrogênio.

Referências

ALBUQUERQUE, P. E. P. de; DURÃES, F. O. M. (Ed.). **Uso e manejo de irrigação**. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2008. 528 p.

APPHA - AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 19. ed. Washington, DC, 1995. 1134 p.

BELTRAN, J. M. **Drenaje Agrícola**. In: Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentacion/Instituto Nacional de Reforma y Desarrollo Agrario, Madrid, 1986. 239 p. (Series de Ingenieria Rural y Desarrollo Agrario - Manual Tecnico N. 5)

CETESB. **Guia de coleta e preservação de amostras de água**. São Paulo, 1987. 150 p.

PARRON, L. M.; MUNIZ, D. H. de F.; PEREIRA, C. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise físico-química de água**. Colombo: Embrapa Florestas, 2011. 67 p. (Embrapa Florestas. Documentos, 232).

PRADO, R. B.; TAVARES, S. R. de L.; BEZERRA, F. B.; RIOS, L. C.; ESCALEIRA, V. **Manual técnico de coleta, acondicionamento, preservação e análises laboratoriais de amostras de água para fins agrícolas e ambientais**. Rio de Janeiro : Embrapa Solos, 2004. 97 p. (Embrapa Solos. Documentos, 65).

RHOADES, J. D.; KANDIAH, A.; MASHALI, A. M. **Uso de águas salinas para produção agrícola**. Campina Grande: UFPB, 1992. 117 p. (Estudos FAO: Irrigação e Drenagem, 48).

RICHARDS, L. A. **Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sodicos**. México: Instituto Nacional de Investigación Agrícola, 1954. 172 p.

RICHARDS, L. A. **Diagnóstico y recuperación de suelos salinos y sódicos**. Personal de Laboratório de Salinidade de EE. UU. 6. ed. México: Editorial LIMUSA, 1993. 176 p.

SANTOS, H. G.; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C.; OLIVEIRA, V. A.; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; ALMEIDA, J. A.; CUNHA, T. J. F.; OLIVEIRA, J. B. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2018. 356 p.

SANTOS, R. D. dos; LEMOS, R. C. de; SANTOS, H. G. dos; KER, J. C.; ANJOS, L. H. C. dos. **Manual de descrição e coleta de solo no campo**. 5. ed. rev. e ampl. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo/Ed. da UFV; Rio de Janeiro:Embrapa Solos/ Ed. da UFRRJ, 2005. 92 p.

