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

Manual de Métodos de Análise de Solo

3ª edição revista e ampliada

Paulo César Teixeira Guilherme Kangussu Donagemma Ademir Fontana Wenceslau Geraldes Teixeira Editores Técnicos

> Embrapa Brasília, DF 2017

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 Fax: + 55 (21) 2179-5291 https://www.embrapa.br

https://www.embrapa.br/fale-conosco/sac/

Unidade responsável pelo conteúdo e edição

Embrapa Solos

Comitê de Publicações da Embrapa Solos

Presidente: José Carlos Polidoro

Secretário-Executivo: Jacqueline Silva Rezende Mattos

Membros: Ademar Barros da Silva, Adriana Vieira de C. de Moraes, Alba Leonor da Silva Martins, Enyomara Lourenço Silva, Evaldo de Paiva Lima, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Luciana Sampaio de Araujo, Maria Regina Laforet, Maurício Rizzato Coelho, Moema de Almeida Batista. Wenceslau Geraldes Teixeira

Supervisão editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos* Normalização bibliográfica: *Luciana Sampaio de Araujo* Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos* Capa: *Eduardo Guedes de Godoy*

Capa. Eduardo Guedes de Godoy

Revisão de texto: André Luiz da Silva Lopes e Marcos Antônio Nakayama

3ª edição

Publicação digitalizada (2017)

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 de métodos de análise de solo / Paulo César Teixeira ... [et al.], editores técnicos. – 3. ed. rev. e ampl. – Brasília, DF : Embrapa, 2017.

573 p.: il. color.

ISBN 978-85-7035-771-7

1. Análise do solo. 2. Física do solo. 3. Química do solo. 4. Matéria orgânica. 5. Mineralogia. I. Teixeira, Paulo César. II. Donagemma, Guilherme Kangussu. III. Fontana, Ademir. IV. Teixeira, Wenceslau Geraldes. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

Capítulo 2 —

FÓSFORO DISPONÍVEL

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Marcelo Francisco Costa Saldanha

2.1 Princípio

Fração do teor total de fósforo no solo, correspondente ao teor utilizado pelas plantas. Formação de complexo fósforo-molíbdico de cor azul obtido após redução do molibdato com ácido ascórbico e determinação por espectrofotometria. Baseia-se no princípio da dissolução de minerais contendo P e/ou deslocamento de P retido nas superfícies sólidas do solo para a solução, por ânions capazes de competir com o P pelos sítios de retenção.

2.2 Material e Equipamentos

- Béquer de 250 mL.
- Balões volumétricos de 250 mL, 1 L, 2 L e 10 L.
- Pipetas.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Agitador circular horizontal.
- Balança analítica.
- Espectrofotômetro UV-Vis.
- Proveta.

2.3 Reagentes e Soluções

- Solução extratora Mehlich-1 (HCl 0,05 mol L-1 e H₂SO₄ 0,0125 mol L-1) adicionar 41,5 mL de ácido clorídrico concentrado p.a. (d = 1,19 g cm-3 e 37%) e 6,8 mL de ácido sulfúrico p.a. (d = 1,84 g e 98%) em aproximadamente 5 L de água destilada ou deionizada, contidos em balão volumétrico de 10 L; agitar e completar o volume com água. Pode-se usar baldes plásticos previamente aferidos.
- Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) colocar 2 g de subcarbonato de bismuto em aproximadamente 250 mL de água contida em balão volumétrico de 1 L; juntar, rapidamente, 150 mL de ácido sulfúrico concentrado p.a. Verificar se todo o sal de bismuto foi dissolvido. Deixar esfriar. Separadamente, em béquer de 250 mL, dissolver 20 g de molibdato de amônio em 200 mL de água destilada. Transferir imediatamente para o balão volumétrico de 1 L contendo o subcarbonato de bismuto e ácido sulfúrico preparado previamente. Agitar e completar o volume com água.
- Solução ácida de molibdato de amônio (diluída) colocar 300 mL de solução concentrada em balão volumétrico de 1 L e adicionar água destilada ou deionizada até completar o volume. Homogeneizar e guardar em frasco escuro.
- Solução padrão de fósforo (25 mg L⁻¹ de P) pesar 0,2195 g de KH₂PO₄ p.a., previamente seco em estufa a 105 °C, e colocar em balão volumétrico de 2 L. Adicionar 3 mL de H₂SO₄ concentrado e completar o volume com água destilada ou deionizada. Estocar.
- Soluções padrão de fósforo (diluídas) (1,0 mg L⁻¹; 2,0 mg L⁻¹; 3,0 mg L⁻¹ e 4,0 mg L⁻¹ de P) pipetar 10 mL, 20 mL, 30 mL e 40 mL de solução padrão de 25 mg L⁻¹ de P para balões volumétricos de 250,00 mL e completar o volume com a

solução extratora Mehlich-1. Usar também a solução extratora pura para obter a concentração de 0,0 mg L⁻¹ de P. Guardar as soluções em frascos tampados, com indicação das concentrações nos rótulos.

2.4 Procedimento²

- Pesar 10 g de solo (TFSA) e colocar em Erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 100 mL de solução extratora Mehlich-1 (HCl 0,05 mol L⁻¹ e H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹).
- Agitar durante 5 minutos em agitador circular horizontal.
- Deixar decantar durante uma noite.
- Pipetar, sem filtrar, 25 mL do extrato e passar para recipiente plástico.
- Pipetar 5,00 mL desse extrato e colocar em Erlenmeyer de 125 mL; deixar o restante para determinação de K⁺ e Na⁺.
- Adicionar 10 mL de solução ácida de molibdato de amônio diluída e aproximadamente 30 mg de ácido ascórbico em pó, como redutor.
- Agitar de 1 a 2 minutos em agitador circular horizontal.
- Deixar desenvolver a cor durante 1 hora. Em seguida, fazer a leitura da densidade ótica no espectrofotômetro-UV-Vis, usando filtro vermelho (comprimento de onda de 660 nm).
- No caso de a amostra possuir elevada concentração de fósforo, deve ser feita a diluição do extrato antes da adição da solução ácida de molibdato de amônio, até que seja possível a leitura no aparelho.
- Sempre lavar o pipetador entre uma amostra e outra.

² 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 cm³ de solo em vez de pesar 10 g de solo. A expressão do resultado, nesse caso, seria mg dm³.

2.5 Cálculo

$$P = \frac{(L - b)}{a} \times d \times 10$$

Em que:

P – concentração de fósforo disponível no solo, em mg kg⁻¹.

L – leitura da amostra, em absorbância.

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

b – coeficiente linear da reta dos padrões.

d – fator de diluição do extrato de Mehlich (se não for necessária a diluição, considerar d = 1).

Valor 10 – fator que leva em consideração a diluição solo:extrator.

Determinação da curva padrão:

Colocar, em Erlenmeyer de 125 mL, 5,00 mL de cada solução padrão diluída. Adicionar 10 mL da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" (aproximadamente 30 mg) de ácido ascórbico. Proceder da mesma forma indicada para a determinação do fósforo no extrato de solo; anotar as leituras (em absorbância) correspondentes a cada padrão. Traçar o gráfico concentração *vs* absorbância, cruzando-se os valores de concentração de fósforo dos padrões (mg L⁻¹ de P) no eixo das abcissas, e as respectivas leituras, em absorbância, no eixo das ordenadas.

2.6 Observações

Para solos que foram fertilizados com fosfatos naturais, a escolha de extratores ácidos como o Mehlich-1, que dissolvem

apatita, pode superestimar os teores de P disponível em solos que receberam tais produtos.

A construção da reta de padrões só é necessária quando as leituras forem realizadas em absorbância ou transmitância. No caso de equipamentos mais modernos, a leitura é feita diretamente em concentração.

Para determinação do P em espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES), a leitura pode ser feita diretamente no extrato obtido com a solução Mehlich-1 sem adição da solução ácida de molibdato de amônio usando a solução extratora pura como branco. Se a leitura ultrapassar a concentração do último ponto da curva de calibração, realizar as diluições necessárias levando em conta a diluição efetuada para o cálculo da concentração de P. O valor de concentração obtido deve ser multiplicado por 10 considerando a relação solo:extrator de 1:10.

2.7 Literatura recomendada

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).

MEHLICH, A. Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄. Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. 195 p.

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

RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 25, n. 7/8, p. 799-816, 1994.

RAIJ, B. van; BATAGLIA, O. C. **Análise química do solo**. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, C. P. Micronutrientes na agricultura. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fosfato, 1991. p. 333-355.

SÁ JUNIOR, J. P. M.; ARAÚJO, S. M. C.; GALVÃO, S. J.; VASCONCELOS, A. L.; OLIVEIRA, E. S. C. Avaliação de métodos de análise química para fósforo disponível em solos da "Zona Litoral-Mata" de Pernambuco. **Pesquisa Agropecuária Brasileira, Série Agronomia**, v. 9, n. 9, p. 27-33,1974.

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).