

*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 Gerales Teixeira*

Supervisão editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Normalização bibliográfica: *Luciana Sampaio de Araujo*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

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 Gerales. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

## — Capítulo 3 —

# CÁTIONS TROCÁVEIS

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Silmara Rossana Bianchi

Daniel Vidal Pérez

Marcelo Francisco Costa Saldanha

### 3.1 $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ e $\text{Mg}^{2+}$ trocáveis

#### 3.1.1 Princípio

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

#### 3.1.2 Extração

##### 3.1.2.1 *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.

### **3.1.2.2 Reagentes e Soluções**

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

### **3.1.2.3 Procedimento<sup>3</sup>**

- Pesar 10,0 g de solo (TFSA), colocar em Erlenmeyer de 125 mL e adicionar 100 mL de solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup>.
- 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<sup>-1</sup> possibilita o emprego do método do KCl 1 mol L<sup>-1</sup> em solos com calcário.

---

<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> de solo em vez de pesar 10 g de solo. A expressão do resultado, nesse caso, seria cmolc dm<sup>-3</sup>.

### 3.1.3 Determinação

#### 3.1.3.1 Alumínio trocável

##### 3.1.3.1.1 Princípio

Extração com solução KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$  e determinação volumétrica com solução diluída de NaOH.

##### 3.1.3.1.2 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.

##### 3.1.3.1.3 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  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ . 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  $1,0 \text{ mol L}^{-1}$**  – 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.

- **Solução de NaOH 0,025 mol L<sup>-1</sup>** – pipetar 25 mL da solução de NaOH 1 mol L<sup>-1</sup> 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 (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) 0,0250 mol L<sup>-1</sup>** – 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.

### 3.1.3.1.3.1 Padronização da solução de NaOH 0,025 mol L<sup>-1</sup>

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

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

Em que:

[NaOH<sub>pad</sub>] – concentração da solução padronizada de NaOH, em mol L<sup>-1</sup>.

[BifK] – concentração da solução padrão primário de biftalato de potássio = 0,0250 mol L<sup>-1</sup>.

V – volume da solução de NaOH 0,025 mol L<sup>-1</sup> gasto na padronização, em mL.

### 3.1.3.1.4 Procedimento

- Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtidas na extração com KCl 1 mol L<sup>-1</sup> (item 3.1.2.3), adicionar três gotas do indicador azul de bromotimol e titular com solução padronizada de NaOH 0,025 mol L<sup>-1</sup>, até que a coloração passe de amarelo para verde-azulada persistente.

### 3.1.3.1.5 Cálculo

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

Em que:

Al<sup>3+</sup> – concentração de alumínio trocável no solo, em cmolc kg<sup>-1</sup>.

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  $f = [\text{NaOH}_{\text{pad}}] \times 40$

[NaOH<sub>pad</sub>] – concentração da solução padronizada de NaOH, em mol L<sup>-1</sup>.

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 mmolc kg<sup>-1</sup> para cmolc kg<sup>-1</sup>.

### 3.1.3.1.6 Observações

Caso a concentração da solução padronizada de NaOH seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja, 0,025 mol L<sup>-1</sup>, o fator f será igual a 1, e concentração de Al<sup>3+</sup> 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.

### **3.1.3.2 Cálcio + magnésio trocáveis determinados por complexometria**

#### **3.1.3.2.1 Princípio**

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

#### **3.1.3.2.2 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.

#### **3.1.3.2.3 Reagentes e Soluções**

- **Solução tampão pH 10** – dissolver 67,5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  em 200 mL de água destilada ou deionizada e colocar em balão volumétrico de 1 L. Adicionar 600 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{H}^+$  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  $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$**  – 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  $\text{CaCO}_3$   $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$**  – pesar 1,250 g de  $\text{CaCO}_3$ , colocar em béquer de 400 mL. Umedecer com água destilada ou deionizada. Adicionar, gota a gota, HCl p.a. concentrado ( $d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$  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.

### 3.1.3.2.3.1 Padronização da solução de EDTA $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$

- Pipetar 25,00 mL da solução padrão de  $\text{CaCO}_3$   $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$  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  $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$  até que a cor vire de vermelho vinho para azul.

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

Em que:

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

$[\text{CaCO}_3]$  – concentração da solução padrão primário de carbonato de cálcio  $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$ .

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

### 3.1.3.2.4 Procedimento

- Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtida na extração com KCl 1 mol L<sup>-1</sup> (3.1.2.3), 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<sup>-1</sup>, até viragem da cor vermelho-arroxeadada para azul puro ou esverdeado (com essa titulação são determinados conjuntamente Ca<sup>2+</sup> e Mg<sup>2+</sup>).
- Anotar o volume da solução de EDTA gasto na titulação.

### 3.1.3.2.5 Cálculo

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

Em que:

[Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup>] – concentração de Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup> trocáveis no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

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<sup>-1</sup>.

f – [EDTA<sub>pad</sub>] x 80.

[EDTA<sub>pad</sub>] – concentração da solução padronizada de EDTA, em mol L<sup>-1</sup>.

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<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> para cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

### 3.1.3.2.6 *Observação*

Caso a concentração da solução padronizada de EDTA seja a mesma concentração teórica preparada, ou seja,  $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$ , o fator  $f$  será igual a 1 e concentração de  $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$  será igual ao volume gasto da solução de EDTA na titulação da amostra.

### 3.1.3.3 *Cálcio e magnésio trocável*

#### 3.1.3.3.1 *Cálcio trocável determinado por complexometria*

##### 3.1.3.3.1.1 Princípio

Extração com solução KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$  e determinação complexométrica em presença do indicador ácido calconcarbônico + sulfato de sódio (calcon).

##### 3.1.3.3.1.2 Material e Equipamentos

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

##### 3.1.3.3.1.3 Reagentes e Soluções

- **Ácido ascórbico**
- **Solução de EDTA 0,0125 mol L<sup>-1</sup>** – 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 3.1.3.2.3.1.
- **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<sub>21</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S). Triturar bem a mistura até obter um pó fino e homogêneo. Guardar em frasco escuro.

#### 3.1.3.3.1.4 Procedimento

- Em uma das alíquotas de 25,00 mL obtida na extração com KCl 1 mol L<sup>-1</sup> (item 3.1.2.3), 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<sup>-1</sup> até viragem da cor de vermelho intenso para azul intenso.
- Anotar o volume de EDTA gasto.

#### 3.1.3.3.1.5 Cálculo

$$\text{Ca}^{2+} = V \times f$$

Em que:

Ca<sup>2+</sup> – concentração de cálcio trocável no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

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<sup>-1</sup>.

f – [EDTA<sub>pad</sub>] x 80.

[EDTA<sub>pad</sub>] – concentração da solução padronizada de EDTA, em mol L<sup>-1</sup>.

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<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> para cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

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

### 3.1.3.3.2 *Magnésio trocável determinado por complexometria*

#### 3.1.3.3.2.1 Cálculo

Diferença entre os valores de (Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup>) e Ca<sup>2+</sup>, determinados por complexometria.

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

Em que:

Mg<sup>2+</sup> – concentração de Mg<sup>2+</sup> trocável no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

(Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup>) – concentração de Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup> trocáveis no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> (item 3.1.3.2.5).

Ca<sup>2+</sup> – concentração de Ca<sup>2+</sup> trocável no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>

(item 3.1.3.3.1.5).

### ***3.1.3.3.3 Cálcio e magnésio trocáveis determinados por espectrometria de absorção atômica***

#### **3.1.3.3.3.1 Princípio**

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

#### **3.1.3.3.3.2 Material e Equipamentos**

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

#### **3.1.3.3.3.3 Reagentes e Soluções**

- ***Solução de lantânio ( $1 \text{ g L}^{-1}$ )*** – pesar 1,1728 g de  $\text{La}_2\text{O}_3$ . 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  $\text{La}_2\text{O}_3$ , 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  $1 \text{ g L}^{-1}$  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  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$**  – 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  $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$ . Normalmente, o conteúdo dessas ampolas é diluído a 1 L com água destilada. Na segunda opção, recomenda-se usar substâncias padrão primário, como o  $\text{CaCO}_3$  e o magnésio metálico.

Sugere-se usar, além do branco, ao menos três soluções de concentrações conhecidas de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$ , 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 <sup>-1</sup> -----	
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<sup>-1</sup>. Com isso, evita-se o efeito de matriz e diminui-se a possibilidade de ionização de Ca e Mg, fatores que interferem no resultado.

#### 3.1.3.3.4 Procedimento

- Filtrar a suspensão obtida na extração com KCl 1 mol L<sup>-1</sup> (item 3.1.2.3) 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<sup>-1</sup>.
- 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<sup>-1</sup> (SUAREZ, 1996), embora certos fabricantes indiquem uma concentração final entre 2 g L<sup>-1</sup> e 5 g L<sup>-1</sup>. 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<sup>-1</sup>, cuja função é impedir a formação de compostos refratários com Ca<sup>2+</sup> e Mg<sup>2+</sup>. Homogeneizar cada solução. Efetuar as leituras no espectrômetro de absorção atômica.

### 3.1.3.3.3.5 Cálculos

#### 3.1.3.3.3.5.1 Cálcio trocável por absorção atômica

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

Em que:

Ca<sup>2+</sup> – concentração de cálcio trocável no solo, em cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

C<sub>1</sub> – concentração de Ca<sup>2+</sup> na solução analisada, em mg L<sup>-1</sup>.

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<sub>c</sub> de Ca<sup>2+</sup>.

#### 3.1.3.3.3.5.2 Magnésio trocável por absorção atômica

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

Em que:

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

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

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  $\text{cmol}_c$  de  $\text{Mg}^{2+}$ .

## 3.2 Potássio e sódio trocáveis

### 3.2.1 Princípio

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

### 3.2.2 Material e Equipamentos

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

### 3.2.3 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 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup>** – pipetar 10,00 mL da solução padrão de KCl e NaCl 10 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup> e transferir para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume usando solução extratora de Mehlich-1 (item 2.3). Homogeneizar.
- **Soluções padrão diluídas de K<sup>+</sup> e Na<sup>+</sup>** – 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 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup>; 0,02 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup>; 0,03 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup> e 0,04 cmol<sub>e</sub> L<sup>-1</sup> de K<sup>+</sup> e Na<sup>+</sup>, respectivamente.
- **Solução extratora de Mehlich-1** – Preparar conforme item 2.3.

### 3.2.4 Procedimento<sup>4</sup>

- Utilizar o extrato obtido no item 2.4.
- 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<sup>+</sup>.
- Fazer também uma prova em branco utilizando a solução extratora pura.

---

<sup>4</sup> 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<sup>-3</sup> ou cmol<sub>e</sub> dm<sup>-3</sup>.

### 3.2.5 Cálculo

#### 3.2.5.1 Para fotômetros que dão leitura direta em concentração (meq L<sup>-1</sup>, cmol<sub>c</sub> L<sup>-1</sup> ou mg L<sup>-1</sup>)

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

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

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

ou

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

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

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

ou

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

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

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

Em que:

L<sub>1</sub> – leitura da amostra (para sódio ou potássio), em meq L<sup>-1</sup>.

L<sub>2</sub> – leitura da amostra (para sódio ou potássio), em mg L<sup>-1</sup>.

$L_3$  – 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.

### 3.2.5.2 Para fotômetros que não dão leitura direta em concentração

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

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

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

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.

### 3.2.6 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.

### 3.3 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 Agrônomico 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).

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).

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 Agronômico 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 Agronômico, 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).