

*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*

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

8.3 Observação

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

8.4 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).

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).

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.

— Capítulo 9 —

PONTO DE CARGA ZERO (PCZ)

Daniel Vidal Pérez

David Vilas Boas de Campos

Paulo César Teixeira

9.1 Introdução

O ponto de carga zero (PCZ) é o valor de pH em que a adsorção de íons determinantes de potencial (H^+ e OH^-) é igual. Uma das formas de determiná-lo baseia-se na titulação potenciométrica do solo em diferentes forças iônicas do meio. O PCZ seria, então, o ponto de cruzamento entre essas diferentes curvas eletrolíticas. Realizado dessa forma, o PCZ também seria reconhecido como Ponto de Efeito Salino Nulo (PESN).

Como esse atributo é função das reações de superfície que ocorrem nos coloides de carga variável do solo, admite-se que a magnitude do PCZ reflita a natureza desses coloides. Além disso, o sinal e a magnitude da carga de superfície do solo serão função da diferença entre o pH do solo e o PCZ: se o pH do solo for superior ao PCZ, o solo estará carregado negativamente, apresentando, então, capacidade de troca catiônica (CTC). Se o pH for menor que o PCZ, o solo terá carga positiva e apresentará capacidade de troca aniônica (CTA).

9.2 Princípio

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

9.3 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.
- Pipetas de 10, 20 e 100 mL.
- Béquer de 100 mL.
- Potenciômetro digital, de precisão centesimal.
- Balança analítica.
- Bureta.

9.4 Reagentes e Soluções

- **Solução de KCl ou NaCl 0,2 mol L⁻¹** – pesar 14,9 g de KCl ou 11,7 g de NaCl, colocar em balão volumétrico de 1 L contendo 500 mL de água, dissolver o sal e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Soluções de NaCl ou KCl 0,02 mol L⁻¹** – são preparadas a partir das soluções de KCl ou NaCl 0,2 mol L⁻¹. Pipetar 100 mL da solução de KCl ou NaCl 0,2 mol L⁻¹ para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Soluções de KCl ou NaCl 0,004 mol L⁻¹** – são preparadas a partir das soluções 0,2 mol L⁻¹. Pipetar 20 mL da solução de KCl ou NaCl 0,2 mol L⁻¹ para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

- **Solução de HCl 0,1 mol L⁻¹** – transferir 8,3 mL de HCl concentrado ($d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$ e 37%) para balão volumétrico de 1 L preenchido previamente com metade de água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução de KOH ou NaOH 0,1 mol L⁻¹** – pesar 5,61 g de KOH ou 4 g de NaOH sólido, transferir para balão volumétrico de 1 L contendo cerca de 500 mL de água destilada ou deionizada. Dissolver e completar o volume com água. Homogeneizar.

9.5 Procedimento

- Separar 45 béqueres de 50 mL e, em cada um, colocar 4,0 g de solo e ordená-los em três filas de 15.
- Dispor esses frascos em três séries de 15 frascos cada, identificando, convenientemente, cada frasco.
- Adicionar solução de KCl aos frascos do seguinte modo: aos frascos da 1ª série, 10 mL da solução 0,2 mol L⁻¹; aos da 2ª série, 10 mL da solução 0,02 mol L⁻¹; e aos da 3ª série, 10 mL da solução 0,004 mol L⁻¹.
- Nas três séries, adicionar solução de HCl e KOH de acordo com a Tabela 1 e adicionar água em cada um dos béqueres para completar o volume para 20 mL.
- O béquer mediano (no 8) passa a ser chamado de zero, porque só receberá a solução de NaCl ou KCl.
- Deixar em equilíbrio durante 24 horas, agitando ocasionalmente, para que a reação de troca atinja o equilíbrio.
- Determinar o pH do sobrenadante em todos os frascos. Calcular as adsorções de H⁺ e OH⁻ adicionados, subtraindo-se dos valores determinados nos brancos correspondentes.

Tabela 1. Esquema de preparo das soluções para determinação do PCZ.

Frasco	Solução	Volume da solução	Volume de água
		-----mL-----	
1	HCl 0,1 mol L ⁻¹	3,0	7,0
2	HCl 0,1 mol L ⁻¹	2,5	7,5
3	HCl 0,1 mol L ⁻¹	2,0	8,0
4	HCl 0,1 mol L ⁻¹	1,5	8,5
5	HCl 0,1 mol L ⁻¹	1,0	9,0
6	HCl 0,1 mol L ⁻¹	0,5	9,5
7	HCl 0,1 mol L ⁻¹	0,25	9,75
8	-	-	10,0
9	KOH 0,1 mol L ⁻¹	0,25	9,75
10	KOH 0,1 mol L ⁻¹	0,5	9,5
11	KOH 0,1 mol L ⁻¹	1,0	9,0
12	KOH 0,1 mol L ⁻¹	1,5	8,5
13	KOH 0,1 mol L ⁻¹	2,0	8,0
14	KOH 0,1 mol L ⁻¹	2,5	7,5
15	KOH 0,1 mol L ⁻¹	3,0	7,0

- Preparar um gráfico em que figurem as três curvas de variação de pH, correspondendo às três séries. Nas abscissas, o pH, e nas ordenadas, as quantidades (em cmol_c) utilizadas de HCl e KOH.
- A diluição do KCl 0,2 mol L⁻¹; 0,02 mol L⁻¹ e 0,004 mol L⁻¹ (10 mL para 20 mL) faz com que a sua concentração final seja de 0,1 mol L⁻¹; 0,01 mol L⁻¹; e 0,002 mol L⁻¹, respectivamente.
- O valor de pH onde as três curvas se cruzarem corresponde ao PCZ.

9.6 Observação

A curva de titulação das três provas em branco (frascos de número oito de cada série) das soluções de KCl 0,1 mol L⁻¹, 0,01 mol L⁻¹ e 0,002 mol L⁻¹ pode ser feita. Para isso, ajusta-

se o pH de cada frasco para o pH mais alto lido nas três séries de amostras de solo (pela adição de KOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$), titulando-se com solução padronizada de HCl ($0,001 \text{ mol L}^{-1}$). Dessa forma, pode-se descontar as quantidades (em cmol_c) utilizadas de KOH e de HCl que será usada na ordenada do gráfico. No entanto, essa quantidade é tão pequena que, em geral, pode-se dispensar essa etapa.

O ponto de cruzamento comum às três curvas de titulação potenciométricas corresponde às adsorções iguais de H^+ e OH^- e, portanto, ao PCZ.

Pode-se usar, também, solução de NaCl e NaOH em substituição às soluções de KCl e KOH, respectivamente.

9.7 Literatura recomendada

ALLEONI, L. R. F.; CAMARGO, O. A. de. Modelos de dupla camada difusa de Gouy-Chapman e Stern aplicados a latossolos ácidos paulistas. **Scientia Agricola**, v. 51, n. 2, p. 315-320, 1994.

ALLEONI, L. R. F.; CAMARGO, O. A. de. Ponto de efeito salino nulo: proposição de nomenclatura. **Boletim Informativo da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, v. 18, n. 1, p. 5-11, 1993.

BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável**: capacidade da dupla camada elétrica. 1986. 273. f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Itaguaí.

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

MCBRIDE, M. B. **Environmental chemistry of soils**. New York: Oxford University Press, 1994. 406 p.

- PEREZ, D. V.; RAMOS, D. P.; NASCIMENTO, R. A. M.; BARRETO, W. O. Propriedades eletroquímicas de horizontes B texturais. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 17, p. 157-167, 1993.
- RAIJ, B. van. Determinação do ponto de carga zero em solos. **Bragantia**, v. 32, n. 18, p. 337-347, 1973.
- RAIJ, B. van; PEECH, M. Electrochemical properties of some oxisols and alfisols of the tropics. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 36, n. 4, p. 587-593, 1972.
- SIQUEIRA, C. **Eletroquímica de solos de carga variável**: efeitos da matéria orgânica. 1985. 113 f. Tese (Doutorado) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Itaguaí.
- SPARKS, D. L. **Environmental soil chemistry**. San Diego: Academic Press, 2003. 352 p.
- SPOSITO, G. **The chemistry of soils**. New York: Oxford University Press, 1989. 277 p.
- TAN, K. H. **Principles of soil chemistry**. New York: M. Dekker, 1982. 267 p.
- UEHARA, G.; GILLMAN, G. **The mineralogy, chemistry and physics of tropical soils with variable charge clays**. Boulder: Westview, 1981. 170 p. (Westview tropical agriculture series, 4).
- VELLOSO, A. C. **Características de alguns solos sob vegetação de cerrado da região Amazônica**. 1976. 91 f. Tese (Livre Docência) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Itaguaí.
- VELLOSO, A. C.; LEAL, J. R.; SANTOS, G. A. Ponto de carga zero de Latossolos caulíníticos e Latossolos gibbsíticos sob cerrado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 16., 1977, São Luís. **Resumos dos trabalhos**. São Luís: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1977. p. 33.