

*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 14 —

ALUMÍNIO NO EXTRATO SULFÚRICO

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Ademir Fontana

14.1 Princípio

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

14.2 Material e Equipamentos

- Béquer de 250 mL.
- Bastão de vidro.
- Balão volumétrico de 50 mL e 1 L.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Balança analítica.
- Bureta digital.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama.

14.3 Reagentes e Soluções

- **Solução do CDTA $0,031 \text{ mol L}^{-1}$** – pesar 11,2952 g de CDTA (ácido 1,2 ciclo-hexilenodinitrilo-tetracético - $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$). Colocar em béquer de 250 mL e adicionar 100 mL de solução de NaOH 2,5%, recém-preparada. Agitar bem com bastão de vidro até dissolver; transferir para balão volumétrico de 1 L, adicionando água até completar o volume. Guardar a solução em depósito de polietileno.
- **Solução de acetato de amônio pH 4,5** – colocar 6 mL do ácido acético ($\text{C}_2\text{O}_2\text{H}_4$) glacial em balão volumétrico de 50 mL, contendo 40 mL de água. Homogeneizar e completar o volume. Transferir a solução para Erlenmeyer de 125 mL, adicionar duas gotas de azul de bromotimol e titular com NH_4OH concentrado até viragem do azul para o verde, anotando o volume gasto. Preparar a solução tampão, colocando 120 mL do ácido acético em balão volumétrico de 1 L contendo 500 mL de água e adicionar, pouco a pouco, agitando, a quantidade de NH_4OH gasto na titulação anterior multiplicada por 10. Agitar e completar o volume.
- **Álcool etílico absoluto** – utilizar o produto comercial.
- **Solução de ditizona a 0,025%** – pesar 0,025 g de ditizona (difeniltiocarbazona) e dissolver em 100 mL de álcool etílico p.a. Esta solução é instável, podendo ser usada no máximo por 2 a 3 dias se colocada em geladeira.
- **Solução de sulfato de zinco $0,0156 \text{ mol L}^{-1}$** – pesar 4,4857 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, colocar em balão volumétrico de 1 L contendo água destilada ou deionizada, agitar, homogeneizar e completar o volume.

14.4 Procedimento

- Após a dosagem de Fe_2O_3 pelo EDTA (item 12.4), adicionar 10 mL da solução de CDTA (aguardar mais ou menos 1 hora), 10 mL da solução tampão de acetato de amônio pH

4,5 (esperar 10 minutos), 50 mL de álcool etílico e 2 mL de solução de ditizona (recém-preparada).

- Titular o excesso de CDTA com solução de sulfato de zinco $0,0156 \text{ mol L}^{-1}$, até viragem de cor verde-acinzentada para cor rosa forte, sendo essa mudança nítida e instantânea.
- Paralelamente, empregar uma prova em branco e determinar o volume de sulfato de zinco necessário para reagir com 10 mL do CDTA.

14.5 Cálculo

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \left[(b - a) - \frac{0,1 \times \text{TiO}_2}{1,668} \right] \times 10$$

Em que:

Al_2O_3 – concentração de Al_2O_3 total no solo, em g kg⁻¹.

a – volume da solução de sulfato de zinco gasto na titulação da amostra, em mL.

b – volume da solução de sulfato de zinco gasto na titulação da prova em branco, em mL.

TiO_2 – concentração de TiO_2 total no solo, obtida pelo ataque sulfúrico, em g kg⁻¹ (item 13.5).

Valor 1,668 – fator de conversão de Ti para TiO_2 .

14.6 Observações

Este método determina conjuntamente o alumínio e o titânio, sendo necessário descontar o TiO_2 obtido pelo método para ter o resultado só de Al_2O_3 .

Em caso de solos com alto teor de TiO_2 é conveniente recorrer à separação prévia do titânio e ferro por precipitação, para, em seguida, proceder à determinação do Al_2O_3 pelo mesmo método.

14.7 Literatura recomendada

DURIEZ, M. A. de M. **Método rápido para determinação complexométrica de ferro e alumínio em solos**. 1974. 43 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

DURIEZ, M. A. de M.; JOHAS, R. A. L.; BARRETO, W. de O. **Método simplificado para determinação dos valores K_i e K_r na terra fina**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982. 10 p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de pesquisa, 2).

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

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

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

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

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

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