

*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 19 —

# FERRO, ALUMÍNIO, MANGANÊS E SÍLICA EXTRAÍVEIS

Paulo César Teixeira

Sebastião Barreiros Calderano

David Vilas Boas de Campos

Ademir Fontana

### 19.1 Introdução

O conhecimento da distribuição relativa de ferro, alumínio, manganês e sílica é de interesse na interpretação da pedogênese, na avaliação das condições e da intensidade do intemperismo, no entendimento do comportamento físico e químico do solo e na classificação de solos.

Essas análises compreendem:

- Compostos de ferro, alumínio e manganês livres no solo extraídos por solução de citrato-ditionito-bicarbonato.
- Compostos de ferro, alumínio e sílica amorfos extraídos por solução de oxalato ácido de amônio.
- Ferro e alumínio de ligações orgânicas extraídas por solução de pirofosfato.

## 19.2 Método do citrato-ditionito-bicarbonato (DCB)

### 19.2.1 Princípio

A amostra é aquecida em uma solução complexante tamponada de citrato/bicarbonato, à qual é adicionada ditionito de sódio em pó como agente redutor. O ferro, alumínio e manganês são determinados no extrato pelo espectrômetro de absorção atômica ou ICP-OES.

### 19.2.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 250 mL e 1 L.
- Tubo de centrifuga de 100 mL.
- Proveta de 50 mL.
- Pipeta de 5 mL.
- Banho-maria.
- Centrífuga.
- Balança analítica.
- Espectrômetro de absorção atômica de chama ou ICP-OES.

### 19.2.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de citrato de sódio  $0,3 \text{ mol L}^{-1}$**  – dissolver 88,23 g de citrato de sódio bihidratado ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) em balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.
- **Solução de bicarbonato de sódio  $1 \text{ mol L}^{-1}$**  – dissolver 84,01 g de bicarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ) em em balão

volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.

- **Ditionito de sódio** – pó.
- **Soluções padrão de Fe, Al, e Mn** – diluir ampolas padronizadas conforme instruções do fabricante.

#### 19.2.4 Procedimento

- Pesar 1 g a 2 g de solo (terra fina seca ao ar) e colocar em tubo de centrifuga de 100 mL. Tem-se como critério pesar 1 g para amostras de solos argilosos e 2 g para amostras de solo de textura média ou mais arenosa.
- Adicionar 40 mL da solução de citrato de sódio  $0,3 \text{ mol L}^{-1}$  e 5 mL de solução de bicarbonato de sódio  $1 \text{ mol L}^{-1}$ .
- Aquecer em banho-maria à temperatura entre  $75^\circ\text{C}$  e  $80^\circ\text{C}$ . *Precaução:* a temperatura não deve exceder a  $80^\circ\text{C}$  (precipitação do enxofre).
- Adicionar 1 g de ditionito de sódio, agitar manualmente com bastão ou espátula (vidro ou teflon) por 1 minuto e ocasionalmente por 3 minutos. Uma segunda porção de 1 g de ditionito é adicionada agitando-se posteriormente. Uma terceira porção de 1 g é adicionada com agitação ao final do segundo período de 3 minutos.
- Deixar esfriar e centrifugar durante 10 minutos a 3.000 rpm.
- Transferir o líquido sobrenadante para balão de 250 mL. Caso o extrato esteja amarelado, repetir a operação com o solo desde o início até se obter um líquido sobrenadante claro. Adicionar o sobrenadante obtido na segunda extração ao balão que já continha o primeiro sobrenadante e completar o volume com água destilada ou deionizada.

- Após completar o volume, filtrar o conteúdo do balão usando papel de filtração média.
- Os teores de Fe, Al e Mn nos extratos de DCB podem ser determinados por espectrometria de absorção atômica ou por ICP-OES.

### 19.2.5 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Mn (g kg}^{-1}\text{)} = \frac{0,25 \times (L - L_1) \times d}{m}$$

Em que:

L – concentração de Fe, Al, ou Mn no extrato da amostra diluída, em mg L<sup>-1</sup>.

L<sub>1</sub> – concentração de Fe, Al ou Mn no extrato da prova em branco, em mg L<sup>-1</sup>.

d – diluição do extrato de leitura, se necessário.

m – massa de solo, em g.

Valor 0,25 – equivale a 250/1.000 e considera a diluição da amostra de solo (balão de 250 mL) e a transformação de mg para g.

Fatores de conversão:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Fe (g kg}^{-1}\text{)} \times 1,43$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Al (g kg}^{-1}\text{)} \times 1,89$$

$$\text{MnO (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Mn (g kg}^{-1}\text{)} \times 1,29$$

### 19.2.6 Observação

Caso necessário, realizar a diluição do extrato contido no

balão de 250 mL e considerar a diluição no cálculo. Para leitura em espectrômetro de absorção atômica, considerar também a diluição do extrato na solução de lantânio.

## 19.3 Método do oxalato ácido de amônio

### 19.3.1 Princípio

Baseia-se na afinidade do oxalato em meio ácido para formação de complexos coloidais após a dissolução dos óxidos e oxi-hidróxidos amorfos do solo (Fe, Al, Si), permanecendo inatacados os argilo-minerais cristalinos. O Fe, Al e Si são determinados no extrato por espectrometria de absorção atômica ou ICP-OES.

### 19.3.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.
- Tubo de centrífuga de 100 mL.
- Agitador mecânico orbital.
- Proveta de 20 mL ou 50 mL.
- Espectrômetro de absorção atômica de chama ou ICP-OES.
- Potenciômetro.
- Balança analítica.
- Centrífuga.

### 19.3.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de oxalato ácido de amônio  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  pH 3,0** – pesar e dissolver 16,2 g de oxalato de amônio ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_4\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) e 7,6 g de ácido oxálico bihidratado em

balão volumétrico de 1 L usando água destilada ou deionizada. Adicionar água até aproximadamente dois terços do volume e agitar bastante até completa dissolução. Ajustar o pH para 3,0 com ácido oxálico ou  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Completar o volume e conferir o pH novamente.

### 19.3.4 Procedimento

- Pesar 0,50 g de solo e transferir para tubo tipo falcon de 50 mL.
- Adicionar 20 mL da solução de oxalato ácido de amônio  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  pH 3,0. Tampar o tubo.
- Agitar por 4 horas no escuro.
- Centrifugar por 10 minutos a 2.000 rpm. Caso o sobrenadante ainda não esteja muito límpido, repetir a centrifugação.
- Filtrar o sobrenadante em papel de filtração média.
- Os teores de Fe, Al e Si no sobrenadante podem ser determinados por espectrometria de absorção atômica ou por ICP-OES.

### 19.3.5 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Si (g kg}^{-1}\text{)} = \frac{(\text{L} - \text{L}_1) \times d}{50 \times m}$$

Em que:

L – concentração de Fe, Al ou Si no extrato de amostra, em  $\text{mg L}^{-1}$ .

$\text{L}_1$  – concentração de Fe, Al ou Si no extrato da prova em branco, em  $\text{mg L}^{-1}$ .



d – diluição do extrato de leitura, quando necessário.

m – massa de solo, em g.

Denominador 50 – equivale a 20/1.000 e considera a diluição da amostra de solo (adição de 20 mL da solução de oxalato) e a transformação de mg para g.

Fatores de conversão:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Fe (g kg}^{-1}\text{)} \times 1,43$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Al (g kg}^{-1}\text{)} \times 1,89$$

$$\text{SiO}_2 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = \text{Si (g kg}^{-1}\text{)} \times 2,14$$

### 19.3.6 Observações

Toda diluição do extrato, quando necessária, deve ser feita usando água ultrapura.

Se for possível a leitura direta no extrato do sobrenadante pelo ICP-OES, considerar d = 1 no cálculo.

Quando a leitura for feita por espectrometria de absorção atômica, considerar a diluição do extrato do sobrenadante na solução de lantânio para o cálculo.

## 19.4 Método do pirofosfato de sódio

### 19.4.1 Princípio

Os complexos de ferro e alumínio com a matéria orgânica são extraídos com pirofosfato de sódio, permanecendo inatacáveis as formas inorgânicas amorfas e cristalinas.

### 19.4.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.

- Proveta de 50 mL.
- Tubo de centrífuga.
- Peneira de 100 mesh.
- Supercentrífuga ou centrífuga.
- Agitador.
- Balança analítica.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama ou ICP-OES.

#### 19.4.3 Reagentes e Soluções

- **Pirofosfato de sódio  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$**  – dissolver 44,6 g de pirofosfato de sódio decahidratado ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) em água destilada ou deionizada e elevar a 1 L em balão volumétrico.
- **Super flocc (N - 100).**

#### 19.4.4 Procedimento

- Triturar 5 g de amostra de solo no gral e passar em peneira de 100 mesh.
- Pesar 0,30 g de amostra de solo (100 mesh) e transferir para tubos de centrífuga (Pesar 1 g para amostras com pouco Fe e Al).
- Adicionar 30 mL de solução de pirofosfato de sódio  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ . Agitar por 2 h. Deixar em repouso por uma noite e agitar novamente por 2 h.
- Centrifugar a 20.000 rpm por 10 minutos. Se não dispuser de supercentrífuga, adicionar 0,5 mL de solução super flocc

0,1% e centrifugar por 15 minutos a aproximadamente 3.500 rpm.

- Decantar o sobrenadante claro em um frasco.
- A determinação dos elementos no sobrenadante é feita por espectrometria de absorção atômica com chama ou por ICP-OES.

#### 19.4.5 Cálculo

$$\text{Fe, Al (g kg}^{-1}\text{)} = \frac{(\text{L} - \text{L}_1)}{\text{m}} \times \frac{3}{100}$$

Em que:

L – concentração de Fe ou Al no extrato de amostra, em mg L<sup>-1</sup>.

L<sub>1</sub> – concentração de Fe ou Al no extrato da prova em branco, em mg L<sup>-1</sup>.

m – massa de solo, em g.

Fator 3/100 – considera a diluição da amostra de solo (adição de 30 mL da solução de pirofosfato) e a transformação de mg para g.

#### 19.4.6 Observação

Pode-se armazenar o sobrenadante (item 19.4.4) em congelador para futuras análises.

### 19.5 Literatura recomendada

BASCOMB, C. L. Distribution of pyrophosphate - extractable iron and organic carbon in soils of various groups. **Journal of Soil Science**, v. 19, p. 251-268, 1968.

- FRANZMEIER, D. P.; HAJEK, B. F.; SIMONSON, C. H. Use of amorphous material to identify spodic horizons. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 29, p. 737-743, 1965.
- HOLMGREN, G. G. S. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 31, n. 2, p. 210-211, 1967.
- INDA JUNIOR, A. V.; KÄMPF, N. Avaliação de procedimentos de extração dos óxidos de ferro pedogênicos com ditionito-citrato-bicarbonato de sódio. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 27, n. 6, p. 1139-1147, 2003.
- JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.
- KILMER, V. J. The estimation of free iron oxides in soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 24, p. 420-421, 1960.
- MCKEAGUE, J. A.; DAY, J. H. Dithionite and oxalate extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 46, n. 1, p. 13-22, 1966.
- MEHRA, O. P.; JACKSON, M. L. Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 7., 1960, Washington, DC. **Proceedings...** London: Pergamon Press, 1960. p. 317-327.
- OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.
- WADA, K. Allophane and imogolite. In: DIXON, J.B.; WEED, S. B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2nd ed. Madison: Soil Science Society of America, 1989. p. 1051-1087.