

*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 20 —

SAIS SOLÚVEIS

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Lilian de Oliveira Bassil Pires

20.1 Princípio

Determinação dos sais solúveis nos solos pela medição de cátions e ânions no extrato aquoso. O procedimento descrito é o do extrato obtido na pasta de saturação. A salinidade do solo é estimada pela condutividade elétrica do extrato.

20.2 Preparação do extrato de saturação

20.2.1 Material e Equipamentos

- Béquer de plástico de 400 mL.
- Funil de buckner.
- Espátula de aço inoxidável.
- Kitasato de 500 mL.
- Proveta de 50 mL.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Balança analítica.
- Bomba de vácuo.

20.2.2 Procedimento

- Pesar 100 g a 200 g de solo (TFSA) e colocar em béquer de plástico de 400 mL. Em havendo quantidade suficiente de amostra de solo, sugere-se pesar no mínimo 150 g de amostra.
- Adicionar água deionizada em quantidade inicial de 15 mL para solos arenosos e 50 mL para os demais.
- Amassar a amostra com espátula de aço inoxidável e continuar a adição de água, pouco a pouco, de preferência por meio de bureta de 50 mL.
- Dar como concluída essa operação quando a massa do solo apresentar aspecto brilhante ou espelhante, ou quando uma pequena quantidade de água adicionada já não é mais absorvida pela massa do solo, ou ainda, quando a pasta deslizar suavemente na espátula.
- Anotar a quantidade de água utilizada e deixar a amostra em repouso durante 4 horas ou uma noite.
- Decorrido esse tempo, verificar se a massa do solo apresenta excesso ou falta de água; no primeiro caso, adicionar mais 50 g de solo e repetir a operação de saturação; no segundo caso, adicionar mais água até completar a saturação. Obs.: no caso de a massa apresentar excesso de água, pode-se descartar a amostra e reiniciar o processo.
- Determina-se então a percentagem de saturação.
- Transferir a pasta saturada para um funil de Buckner contendo papel de filtro e adaptado a um kitasato de 500 mL.
- Aplicar a sucção com o uso de bomba de vácuo e coletar o filtrado.

- Transferir o extrato para depósito plástico com tampa e anotar o número da amostra.

20.2.3 Cálculo

$$\text{PS} = \frac{100 \times V}{m}$$

Em que:

PS – percentagem de água na pasta de saturação, em %.

V – volume de água gasto, em mL.

m – massa da amostra de solo, em g.

20.2.4 Observações

Adicionar uma gota de solução de hexametáfosfato de sódio a 1% para cada 25 mL de extrato, quando se determinarem os íons carbonatos e bicarbonatos, para evitar a precipitação do carbonato de cálcio durante o repouso da amostra.

A quantidade de solo a ser usada depende das determinações a serem feitas; entretanto, para solos de textura média, 250 g são suficientes para se obter uma quantidade de extrato razoável. A pasta não deve acumular água na superfície, perder seu brilho ou endurecer durante o repouso (especial cuidado deve-se ter quando se trata de Solos orgânicos, muito argilosos ou sódicos).

20.3 Condutividade elétrica

20.3.1 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.

- Pisseta.
- Condutivímetro digital.
- Balança analítica.

20.3.2 Reagentes e Soluções

- **Solução de cloreto de potássio 0,01 mol L⁻¹** – pesar 0,7456 g de cloreto de potássio (KCl) previamente seco em estufa a 110 °C. Colocar em balão volumétrico de 1 L, dissolver em água destilada ou deionizada e completar o volume. A CE dessa solução é de aproximadamente 1,4 mS cm⁻¹.

20.3.3 Procedimento

- Utilizar o extrato de saturação obtido (item 20.2.2) e um condutivímetro de leitura direta.
- Medir a temperatura do extrato e ajustar o aparelho para essa temperatura; ligar o condutivímetro com certa antecedência e aferir sua leitura com solução de KCl 0,01 mol L⁻¹ (condutividade de 1,4 mS cm⁻¹).
- Lavar a célula de condutividade com água duas a três vezes. Secar e inserir a célula no extrato de saturação.
- Fazer a leitura direta da condutividade, em mS cm⁻¹.

20.3.4 Observações

Atualmente, existem padrões que podem ser adquiridos no mercado. Nesse caso, devem-se adquirir padrões que sejam indicados para a calibração do aparelho.

Lavar bem a célula com água destilada depois de cada determinação, com o auxílio de uma pisseta, para evitar interferência nos resultados e secar.

Quando necessário (em solos com predominância de argilas expansivas e nos quais não é possível fazer a filtração da pasta de saturação), recorrer ao seguinte procedimento indireto utilizando o solo e o extrato aquoso na proporção 1:1.

- Pesar 50 g de solo (TFSA) para Erlenmeyer de 100 mL e adicionar 50 mL de água.
- Agitar esporadicamente e deixar em repouso durante uma noite.
- Filtrar em papel de filtro comum.
- Aplicar a sucção com o uso de bomba de vácuo e coletar o filtrado.
- Utilizar o filtrado, mesmo sendo turvo, e medir a condutividade elétrica, em mS cm^{-1} .
- A percentagem de água na pasta saturada é obtida conforme especificado no item 20.2.2.

20.4 Cátions solúveis

20.4.1 Princípio

O cálcio e magnésio solúveis são determinados pelo espectrômetro de absorção atômica (EAA) ou ICP-OES, e o sódio e potássio, pelo fotômetro de chama nos extratos diluídos. Interferências nas determinações pelo EAA são eliminadas pela adição de lantânio.

20.4.2 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 100 mL, 200 mL, 500 mL e 1 L.
- Pipetas volumétricas de 5 mL, 50 mL e 100 mL.
- Balança analítica.

- Espectrômetro de absorção atômica com chama ou ICP-OES.
- Fotômetro de chama.

20.4.3 Reagentes e Soluções

- **Solução padrão de KCl e NaCl $0,1 \text{ cmol} \cdot \text{L}^{-1}$** – pesar 0,0746 g de KCl e 0,0585 g de NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até completar o volume em balão volumétrico de de 1 L.
- **Solução de ácido clorídrico (HCl) $0,05 \text{ mol L}^{-1}$** – em balão volumétrico de 1 L, adicionar cerca de 500 mL de água destilada ou deionizada (metade do volume do balão volumétrico), verter 4,15 mL de HCl concentrado ($d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$ e 37%) e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Ca 1.000 mg L^{-1}** – pesar 2,7692 g de CaCl_2 e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Ca 250 mg L^{-1}** – pipetar 50,00 mL da solução padrão de Ca 1.000 mg L^{-1} para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Mg 1.000 mg L^{-1}** – pesar 3,9173 g de MgCl_2 e dissolver em balão volumétrico de 1 L com água destilada ou deionizada. Completar o volume. Homogeneizar.
- **Solução padrão de Mg 25 mg L^{-1}** – pipetar 5,00 mL da solução padrão de Mg 1.000 mg L^{-1} para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

- **Solução padrão de K^+ e Na^+** – pipetar para balões volumétricos de 500,00 mL as seguintes quantidades da solução padrão de KCl e NaCl ($0,1 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$): 50 mL, 100 mL, 150 mL e 200 mL; completar o volume com solução de HCl $0,05 \text{ mol L}^{-1}$; transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de $0,01 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$; $0,02 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$; $0,03 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$ e $0,04 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$, respectivamente. Passar essas quatro soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de $0,02 \text{ cmol}_e \text{ L}^{-1}$ de K^+ ou Na^+ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro. Traçar o gráfico leitura vs concentração e determinar o fator f_k .
- **Solução de lantânio 1%** – pesar 1,1728 g de La_2O_3 . Umedecer com água destilada e transferir, com lavagens sucessivas, para balão volumétrico de 100 mL. 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.

20.4.4 Procedimento

20.4.4.1 *Ca e Mg solúveis por absorção atômica*

- Pipetar 0,1 mL do extrato de saturação (item 20.2.2), para Erlenmeyer de 20 mL.
- Adicionar 4,9 mL de solução de lantânio a 1 g L^{-1} .
- Homogeneizar. Efetuar a leitura no espectrômetro de absorção atômica com chama.

20.4.4.2 *Ca e Mg solúveis por ICP-OES*

- Passar o extrato de saturação (item 20.2.2) no ICP-OES.

- Proceder à leitura, diluindo o extrato em água ultrapura quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

20.4.4.3 Na e K solúveis

- Passar o extrato de saturação (item 20.2.2) no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura, diluindo o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

20.4.5 Cálculos

20.4.5.1 Ca, Mg, K e Na solúveis

20.4.5.1.1 Concentração de cátions no extrato

$$\text{Ca, Mg (cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{\mathbf{L \times d \times 0,1}}{\mathbf{\text{Peso Equivalente}}}$$

Em que:

Ca, Mg – concentração de Ca e de Mg, respectivamente, no extrato, em $\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}$.

L – leitura do extrato obtida no espectrômetro de absorção atômica ou no ICP-OES (mg L^{-1} de Ca ou Mg).

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura da pasta de saturação.

Peso Equivalente de Ca – 20,0.

Peso Equivalente de Mg – 12,2.

$$\text{Na, K solúveis (cmol}_c \text{ L}^{-1}) = L \times d \times f_{\text{Na, K}} \times 0,1$$

Em que:

L – leitura do extrato obtida no fotômetro, em absorbância.

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

b – coeficiente linear da reta dos padrões.

20.4.5.1.2 Concentração de cátions no solo

20.4.5.1.2.1 Para aparelhos que dão leitura direta em concentração

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis} = \frac{L_1 \times d \times \text{PS}}{\text{Peso equivalente} \times 1.000}$$

ou

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis} = \frac{L_2 \times d \times \text{PS}}{1.000}$$

Em que:

Ca, Mg, Na, K – concentração de Ca, Mg, Na e K, respectivamente, no solo, em $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

L_1 – leitura do extrato da amostra (em mg L^{-1}) obtida no fotômetro de chama para Na e K. Para Ca e Mg, a leitura (em mg L^{-1}) é obtida no espectrômetro de absorção atômica ou ICP-OES.

L_2 – leitura do extrato da amostra (em meq L^{-1}) obtida no fotômetro de chama para Na e K. Para Ca e Mg, a leitura (em meq L^{-1}) é obtida no espectrômetro de absorção atômica ou ICP-OES.

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura. Se for possível a leitura direta do extrato no fotômetro ou no ICP-OES, considerar d = 1.

PS – percentagem de água na pasta de saturação (item 20.2.2).

Peso Equivalente de K – 39,0.

Peso Equivalente de Mg – 23,0.

20.4.5.1.2.2 Para aparelhos que não dão leitura direta em concentração

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúveis (cmol}_c \text{ kg}^{-1}) = \frac{(L - b)}{a} \times \frac{PS}{1.000}$$

Em que:

L – leitura do aparelho, em absorbância.

d – fator considerando a diluição do extrato de leitura. Se for possível a leitura direta do extrato, considerar f = 1.

PS – percentagem de água na pasta de saturação (item 20.2.2).

20.4.5.2 Relação de adsorção de sódio (RAS)

$$\text{RAS} = \frac{\text{Na}}{\sqrt{(0,5 \times (\text{Ca} + \text{Mg}))}}$$

Em que:

Na, Ca e Mg – teores de Na, Ca e Mg no extrato de saturação, em cmol_c L⁻¹ (item 20.4.5.1).

20.4.6 Observações

Para o cálculo da concentração em função dos valores obtidos com os padrões de $0,01 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$, $0,02 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$, $0,03 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ e $0,04 \text{ cmol}_c \text{ L}^{-1}$ de Na^+ e K^+ , proceder da mesma forma indicada no item 3.2.6, adaptando-os para $\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}$. Geralmente é necessário proceder a diluições para tornar possível a leitura no aparelho.

20.5 Ânions solúveis

Determinações dos carbonatos, bicarbonatos, cloretos e sulfatos.

20.5.1 Carbonatos

20.5.1.1 *Princípio*

Determinação por acidimetria com H_2SO_4 em presença da fenolftaleína como indicador.

20.5.1.2 *Material e Equipamentos*

- Pipetas volumétricas de 10 mL e 25 mL.
- Proveta.
- Bureta volumétrica ou digital (microbureta).
- Erlenmeyer.
- Balança analítica.
- Microbureta.

20.5.1.3 *Reagentes e Soluções*

- **Solução de fenolftaleína a 1%** – dissolver 1 g de fenolftaleína em 100 mL de álcool etílico a 60%.
- **Solução de H_2SO_4 1 mol L^{-1}** – transferir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado para balão volumétrico de 1 L contendo aproximadamente 800 mL de água. Deixar esfriar e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de H_2SO_4 0,0125 mol L^{-1}** – transferir 12,5 mL da solução de H_2SO_4 1 mol L^{-1} para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.

20.5.1.4 Procedimento

- Pipetar alíquota de 10,00 mL a 25,00 mL do extrato de saturação e colocar em Erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar três gotas de fenolftaleína e titular com solução de H_2SO_4 0,0125 mol L^{-1} , preferivelmente utilizando microbureta de 10 mL, até viragem para rósea.
- Anotar o volume gasto.

Obs.: caso a extração não apresente coloração rosa com a fenolftaleína, o valor de CO_3^{2-} é nulo.

20.5.1.5 Cálculo

$$CO_3^{2-} \text{ (cmol}_c \text{ L}^{-1}\text{)} = \frac{V}{V_a} \times 5$$

Em que:

V – volume da solução de ácido sulfúrico gasto na titulação da amostra, em mL.

V_a – volume utilizado da alíquota do extrato de saturação, em mL.

20.5.1.6 Observação

A titulação deve ser feita em local bem iluminado (luz fluorescente), sendo o Erlenmeyer colocado sobre azulejo branco; uma mesma quantidade de água deve ser colocada em um Erlenmeyer, assim como o mesmo número de gotas do indicador, para comparação com a amostra; essa mesma alíquota é usada para determinação dos bicarbonatos.

20.5.2 Bicarbonatos

20.5.2.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H_2SO_4 no extrato após determinação do carbonato em presença de alaranjado de metila como indicador.

20.5.2.2 Material e Equipamentos

- Pipetas.
- Erlenmeyer.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica ou digital.

20.5.2.3 Reagentes e Soluções

- **Indicador alaranjado de metila 0,01%** – pesar 0,01 g do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 mL.
- **Solução de H_2SO_4 1 mol L^{-1}** – transferir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado para balão volumétrico de 1 L

contendo aproximadamente 800 mL de água. Deixar esfriar e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

- **Solução de H_2SO_4 $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$** – transferir 12,5 mL da solução de H_2SO_4 1 mol L^{-1} para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.

20.5.2.4 Procedimento

- Após a titulação dos carbonatos, adicionar três gotas do indicador alaranjado de metila e continuar a adição do ácido sulfúrico $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$ contido na bureta, até viragem da cor rósea para alaranjada. Anotar o volume total gasto.
- Utilizar uma prova em branco, ou seja, o total usado com a fenolftaleína e com o alaranjado de metila.

20.5.2.5 Cálculo

$$\text{HCO}_3^- \text{ (cmol}_c \text{ L}^{-1}\text{)} = \frac{(V_1 - V \times 2) \times 5}{c}$$

Em que:

V_1 – volume de ácido gasto na titulação utilizando alaranjado de metila como indicador, em mL.

V – volume de ácido gasto na titulação utilizando fenolftaleína como indicador, em mL (item 20.5.1.4).

c – volume da alíquota de extrato da pasta de saturação, em mL.

21.5.2.6 Observação

A mesma alíquota usada para a determinação de bicarbonato pode ser usada para determinação dos cloretos.

20.5.3 Cloretos

20.5.3.1 *Princípio*

Determinação volumétrica com AgNO_3 em presença de K_2CrO_4 como indicador.

20.5.3.2 *Material e Equipamentos*

- Pipetas volumétricas de 5 mL, 10 mL ou 25 mL.
- Pipeta graduada de 10 mL.
- Bastão de vidro.
- Erlenmeyer.
- Cápsula de porcelana.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Balança analítica.
- Bureta volumétrica âmbar ou digital (Microbureta âmbar).

20.5.3.3 *Reagentes e Soluções*

- **Solução de cromato de potássio 5%** – pesar 5 g do K_2CrO_4 e dissolver em 50 mL de água destilada; adicionar gota a gota solução de AgNO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$, até formação de precipitado permanente; filtrar e diluir para 100 mL.
- **Solução de nitrato de prata $0,05 \text{ mol L}^{-1}$** – pesar exatamente 8,494 g de AgNO_3 puro e dissolver em água destilada contida em balão volumétrico de 1 L, agitar e completar o volume. Guardar em vidro escuro.

20.5.3.4 *Procedimento*

- Pipetar alíquota de 1 mL a 25 mL do extrato de saturação; dependendo do teor salino da amostra, colocar em cápsula de porcelana de 150 mL e diluir para volume de 25 mL.
- Adicionar cinco gotas de cromato de potássio e agitar bem com bastão de vidro.
- Titular com solução de AgNO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até a formação de coloração vermelha persistente.

20.5.3.5 Cálculo

$$\text{Cl}^- (\text{cmol}_c \text{ L}^{-1}) = \frac{(V_a - V_b) \times 5}{V}$$

Em que:

V_a – volume da solução de AgNO_3 gasto na titulação da amostra, em mL.

V_b – volume da solução de AgNO_3 gasto na titulação da prova em branco, em mL.

V – volume da alíquota tomada do extrato de saturação, em mL.

20.5.3.6 Observações

Empregar microbureta âmbar de 10 mL. A titulação não deve ir além dos 12 mL de AgNO_3 , sendo feitas as diluições necessárias para que fique numa faixa de 2 mL a 8 mL. Paralelamente, deve ser feita uma prova em branco com o cromato de potássio para verificação de viragem e do volume de AgNO_3 gasto, o qual participará do cálculo.

Para determinação de cloretos em baixas ou altas concentrações, o método complexiométrico do nitrato mercúrico em meio ácido por meio da formação do complexo azul/violeta Hg-difenilcarbazona é considerado excelente.

20.5.4 Sulfatos

20.5.4.1 *Princípio*

Precipitação do sulfato com BaCl_2 e determinação gravimétrica.

20.5.4.2 *Material e Equipamentos*

- Pipetas.
- Papel de filtro.
- Béquer de 250 mL.
- Bastão de vidro.
- Erlenmeyer.
- Balão volumétrico de 100 mL e de 1 L.
- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Cadinho de porcelana.
- Balança analítica.
- Chapa aquecedora.
- Banho-maria.
- Mufla.
- Dessecador.

20.5.4.3 *Reagentes e Soluções*

- *Ácido clorídrico concentrado*

- **Solução de BaCl₂ 10 %** – pesar 100 g de BaCl₂.2H₂O, dissolver em água destilada ou deionizada e completar o volume para 1 L.
- **Indicador alaranjado de metila 0,1 %** – dissolver 0,1 g do indicador em 100 mL de água.

20.5.4.4 Procedimento

- Pipetar alíquota de 25,00 mL do extrato de saturação; colocar em béquer de 250 mL e adicionar 100 mL de água.
- Juntar três gotas de alaranjado de metila 0,1% e 1 mL de ácido clorídrico concentrado.
- Colocar em chapa aquecedora e, quando se iniciar a ebulição, adicionar a solução de cloreto de bário 10% até ligeiro excesso, agitando com bastão de vidro, energeticamente, para formação do precipitado.
- Colocar em banho-maria até reduzir o volume para aproximadamente 50 mL.
- Deixar esfriar e filtrar em papel de filtro sem cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação pelo nitrato de prata.
- Colocar o papel de filtro, dobrado, em cadinho de porcelana recém-pesado, levar para forno mufla e calcinar até temperatura de 750 °C.
- Deixar esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g.

20.5.4.5 Cálculo

$$\text{SO}_4^{2-} \text{ (cmol}_c \text{ L}^{-1}\text{)} = \frac{(V_1 - V \times 2) \times 5}{c}$$

Em que:

a – massa do precipitado de BaSO_4 , em mg.

b – volume da alíquota tomada do extrato de saturação, em mL.

20.5.4.6 Observação

Outros métodos podem ser empregados para determinação dos sulfatos, especialmente quando os teores destes íons são baixos; entretanto, este método é considerado como o mais preciso.

20.6 Literatura recomendada

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 11th ed. Washington, DC, 1970. 1015 p.

BLAKEMORE, L. C.; SEARLE, P. L.; DALY, B. K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific report, 10A).

NELSON, R. E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, v. 34, n. 2, p. 343-345, 1970.

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).

SCHALES, O.; SCHALES, S. S. A simple and accurate method for the determination of chloride in biological fluids. **Journal of Biological Chemistry**, v. 140, p. 879-884, 1941.

SEARLE, P. L. Measurement of adsorbed sulphate in soils - effects of varying soil: extractant ratios and methods of measurement. **New Zeland Journal of Agricultural Research**, v. 22, n. 2, p.287-290, 1979.

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).