

*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 21 —

## EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO

Paulo César Teixeira

David Vilas Boas de Campos

Simone Pimenta Vidal Pérez

### 21.1 Princípio

Ataque da amostra com excesso de solução padrão de HCl e titulação do excesso de ácido com solução de NaOH padrão. A diferença entre o número de moles adicionados e os titulados representa o percentual de  $\text{CaCO}_3$  na amostra.

### 21.2 Material e Equipamentos

- Pipetas volumétricas de 25 e 50 mL.
- Balões volumétricos de 100 mL, 200 mL e de 1 L.
- Proveta de 50 mL.
- Cápsula de porcelana de 200 mL.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Balança analítica.

### 21.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de HCl 0,5 mol L<sup>-1</sup>** – adicionar 43 mL de HCl concentrado (d = 1,19 g cm<sup>-3</sup> e 37%) em balão volumétrico de 1 L previamente preenchido até a metade com água destilada ou deionizada. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar. Padronizar a solução.
- **Solução de NaOH 0,25 mol L<sup>-1</sup>** – pesar 10 g de NaOH sólido e transferir para balão volumétrico de 1 L. Dissolver e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar. Padronizar a solução.
- **Fenolftaleína 1%** – dissolver 1 g do indicador em 100 mL de álcool etílico 95%. Homogeneizar.
- **Solução padrão primário de biftalato de potássio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) 0,250 mol L<sup>-1</sup>** – pesar 5,106 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.

### 21.3.1 Padronização da solução de NaOH 0,25 mol L<sup>-1</sup>

- Pipetar 25,00 mL da solução padrão de biftalato de potássio 0,250 mol L<sup>-1</sup> e transferir para Erlenmeyer de 125 mL. Adicionar três gotas do indicador fenolftaleína. Titular com a solução de NaOH 0,25 mol L<sup>-1</sup> até o surgimento da cor levemente rosada.

$$[\text{NaOH}_{\text{pad}}] = \frac{[\text{BifK}]_{x25}}{V}$$

Em que:

$[\text{NaOH}_{\text{pad}}]$  – concentração da solução padronizada de NaOH, em mol L<sup>-1</sup>.

[BifK] – concentração da solução padrão primário de biftalato de potássio =  $0,250 \text{ mol L}^{-1}$ .

V – volume da solução de NaOH  $0,25 \text{ mol L}^{-1}$  gasto na titulação do biftalato, em mL.

### 21.3.2 Padronização da solução de HCl $0,5 \text{ mol L}^{-1}$

- Pipetar 10 mL da solução preparada de HCl  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  para Erlenmeyer de 125 mL e adicionar três gotas de fenolftaleína. Titular com a solução padronizada de NaOH até viragem para rosa.

$$[\text{HCl}_{\text{pad}}] = \frac{[\text{NaOH}_{\text{pad}}] \times V}{10}$$

Em que:

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

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

V – volume da solução padronizada de NaOH gasto na titulação do HCl, em mL.

### 21.4 Procedimento

- Pesar 5 g a 25 g de solo (TFSA) em béquer de forma alta de 250 mL e adicionar 50,00 mL de HCl  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  por meio de pipeta volumétrica ou bureta volumétrica.
- Cobrir o béquer com vidro de relógio e colocar em chapa aquecedora. Após o início da fervura, manter a solução na chapa por 5 minutos.

- Deixar esfriar, lavar o vidro de relógio com água destilada ou deionizada.
- Filtrar para balão volumétrico de 200 mL usando funil e papel de filtração média ou lenta tendo cuidado de lavar bem o béquero e o filtro de papel. Completar o volume.
- Pipetar 50,00 mL da solução, transferir para Erlenmeyer de 125 mL e adicionar três gotas de fenolftaleína 1%.
- Titular com solução padronizada de NaOH.

## 21.5 Cálculo

$$\text{CaCO}_3 (\text{g kg}^{-1}) = \frac{[0,25 \times (50 \times \text{HCl}_{\text{pad}}) - V \times \text{NaOH}_{\text{pad}}] \times 200}{m}$$

Em que:

Valor 50 – volume adicionado da solução padronizada de HCl 0,5 mol L<sup>-1</sup>, em mL.

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

V – volume gasto da solução padronizada de NaOH, em mL.

m – massa da amostra de solo, em g.

## 21.6 Observações

A quantidade de amostra a pesar é definida em função do grau de efervescência que a amostra apresentar quando umedecida com HCl 50%. A reação pode ser fraca, moderada ou forte.

Titular lentamente e perceber o tom amarelado que indica a viragem próxima.

Em caso de dúvida na viragem, anotar o valor gasto na titulação e adicionar mais uma gota. Deverá ser admitido o primeiro rosa persistente.

Em algumas amostras, a presença de Fe dificulta a visualização da viragem. Nesse caso, titular cautelosamente e, de quando em quando, cessar a agitação para aguardar a precipitação de Fe. Isso deixará na faixa superior da solução uma faixa límpida onde se pode ver a coloração da viragem.

Geralmente, quando a amostra apresenta muita matéria orgânica, o extrato apresenta coloração castanha, o que impossibilita a percepção da viragem. Assim, procede-se a determinação em potenciômetro, gotejando o NaOH 0,25 mol L<sup>-1</sup> até elevar o pH a 7,0, anotando o volume gasto.

## 21.7 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.

METSON, A. J. **Methods of chemical analysis for soil survey samples**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1956. 207 p. (Bulletin, 12).

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).